



Microtomographie in situ appliquée à la déformation et la solidification d'alliages d'aluminium

Bastien Mireux

► To cite this version:

Bastien Mireux. Microtomographie in situ appliquée à la déformation et la solidification d'alliages d'aluminium. Autre. Université de Grenoble, 2012. Français. NNT : 2012GRENI081 . tel-00919754

HAL Id: tel-00919754

<https://theses.hal.science/tel-00919754>

Submitted on 17 Dec 2013

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 Août 2006

Présentée par

Bastien MIREUX

Thèse dirigée par **Luc SALVO**

et codirigée par **Michel SUERY**

préparée au sein du laboratoire **Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés**

et de l'école doctorale **Ingénierie - Matériaux, Mécanique, Energétique, Environnement, Procédés et Production**

Microtomographie *in situ* appliquée à la déformation et la solidification d'alliages d'aluminium

Thèse soutenue publiquement le **13 Novembre 2012**,
devant le jury composé de :

M. Michel BELLET

Professeur, CEMEF, Sophia Antipolis, Rapporteur

M. Bernard BILLIA

Directeur de recherche CNRS, Faculté des Sciences et Techniques, Marseille,
Rapporteur

M. Jean-Marie DREZET

Collaborateur scientifique, EPFL, Lausanne, Examineur

M. Thierry DUFFAR

Professeur, SIMaP, Saint-Martin-d'Hères, Examineur

M. Luc SALVO

Professeur, SIMaP, Saint-Martin-d'Hères, Directeur de thèse

M. Michel SUERY

Directeur de recherche CNRS, SIMaP, Saint-Martin-d'Hères, Co-Directeur de thèse



REMERCIEMENTS

Ces travaux de thèse n'auraient jamais pu être réalisés sans la présence de nombreuses personnes que j'ai pu côtoyer lors de ces trois années. Je remercie beaucoup mes Directeurs Luc et Michel, pour leur patience quasi-infinie. Les discussions avec Michel apportent de nombreuses réponses aux questions que l'on se pose après avoir vu Luc, c'est une belle complémentarité qui nous a permis de réaliser un manuscrit "qui tient la route", et ce dans de bonnes conditions.

Je me dois également de remercier les membres du jury, notamment les rapporteurs pour le travail de lecture minutieuse qu'ils ont effectué, et ceci en peu de temps! Merci également pour les questions menées comme une discussion constructive que j'ai particulièrement appréciée.

Merci à Michel Bornert pour le temps qu'il a su trouver afin de m'initier à la corrélation d'images en 3D. Cet investissement a été très bénéfique pour l'obtention de données par cette technique sur nos volumes de tomo.

Un grand merci à Elodie Boller, Mario Scheel et tous les autres membres de l'ESRF qui ont permis la réalisation des expériences dans les meilleures conditions possibles. Enfin, merci au personnel administratif, particulièrement Augustine Alessio pour sa disponibilité et sa réactivité, et Claude et Claire qui m'ont bien souvent vu pour résoudre des problèmes administratifs divers et variés.

Travailler au GPM2 a été selon moi une chance. Un environnement sain et interactif (surtout quand il y a des croissants le matin), des personnes aimables et ouvertes à la discussion, et du café (beaucoup). Je garderai des souvenirs agréables de tous les permanents : les longues discussions avec Franck sur les différentes techniques d'usinage, de soudage, et également sur les couteaux ; les problèmes expérimentaux que l'on réglait avec Luc, Elodie ou Mario (et Pierre sur la fin) sous l'œil toujours intéressé de Michel qui tenait bien mieux ses nuits blanches que moi ! Un grand merci à Charles pour les soucis de plomberie, d'électronique, d'inducteur qui disjoncte... Liste non exhaustive bien entendu ! N'oublions pas Didier qui partage toujours ses Princes au goûter et ne manque pas de blaguer entre deux réunions.

Le GMP2, c'est aussi beaucoup de doctorants et de post-docs. Lorsque je suis arrivé, ma première impression a été de penser que tous ces gens étaient des machines : "Ah tiens ça faisait longtemps que j'avais pas couru, alors j'ai fait que 30 km"... Parmi ceux que j'ai eu la chance de croiser, Greg est bien le plus unique et je le remercie pour le temps passé à "investir" dans mon initiation au ski de rando et en escalade, m'avoir permis avec Antoine de partir au Japon alors que je ne les connaissais que bien peu... En parallèle, Jennifer l'aventurière à vélo qui m'a soutenu pour le dur entraînement en vue de

l'ascension du mont Fuji en ski de rando... Antoine, l' "iron man", inusable mentalement ou physiquement, disponible alors qu'il faisait des journées de 29 heures hors taxes... Laurent et Malika, tandem de choc qui m'a remis au sport après un an d'oisiveté : "Chamechaude en ski de rando en nocturne ça te dit ? On bivouaque au habert !". Merci Laurent d'avoir porté mon sac ce soir là !

Merci à vous pour ces courbatures, ces bières (entraînement, toujours !), ces peurs, ces lonnnnnnnngues voies (paroi noire, hein...), ces soirées et autres moments qui ont permis de construire de belles amitiés en trois ans.

Merci aux autres recrues de 2009 pour les bons moments passés ensemble : Les randos, les sorties ski, les discussions rafraîchissantes avec Mathilde et Audrey (et elles offraient les gâteaux !) mais aussi les soirées jeux, sorties roller...

Et comme le doctorat, ça n'est pas que des bons moments, je me dois de remercier ma famille, et plus particulièrement Béné pour sa patience et ses attentions quotidiennes qui m'ont permis de terminer le manuscrit de manière plus sereine, alors qu'elle portait notre petit Baptiste qui égaie désormais notre quotidien.

Je n'aurais pas eu la chance d'en être là sans les conseils avisés d'Alain Lodini que je remercie vivement car effectivement, travailler sur un grand instrument est une expérience à la fois enrichissante et très valorisable.

Merci à mes amis, de longue date ou pas, pour ces coups de fils ou ces rencontres qui m'ont changé les idées.

Je remercie également Patrick Mallaizée et les membres du Ring Grenoblois, sans qui cette fin de thèse aurait été plus difficile à vivre : c'est bien de se défouler sainement !

RÉSUMÉ

La fissuration à chaud est un défaut majeur intervenant en fin de solidification d'alliages métalliques, lorsque le matériau est encore à l'état semi solide. L'objectif de cette thèse est d'apporter une contribution à la prévision de ce phénomène. Pour cela il est nécessaire de caractériser la déformabilité de la phase solide d'un matériau à l'état semi solide et d'apporter des informations au niveau local sur la microstructure lors de sa déformation (fractions de liquide et de pores, épaisseur de films de liquide, vitesses d'écoulement du liquide, indice de coalescence des pores...). Le comportement macroscopique de la phase solide sur la ligne de solidus a été déterminé et validé par des essais de compression à chaud. Cette loi de comportement a également été comparée avec plusieurs modèles analytiques. La différence de comportement mécanique entre une microstructure de composition homogène et une microstructure à gradient de composition a été mise en évidence. Des informations microscopiques en temps réel sur des échantillons à l'état semi solide soumis à un effort de traction ont été obtenues par microtomographie *in situ* standard en conditions isothermes et en solidification. Un modèle analytique prédictif de la fissuration à chaud a été modifié pour mieux rendre compte des valeurs expérimentales. Pour gagner en résolutions temporelle et spatiale, un dispositif de traction destiné à l'utilisation de la microtomographie *in situ* rapide ou ultra rapide a été conçu et réalisé. Les essais en conditions isothermes et en solidification sont désormais reproductibles sur une microstructure obtenue par refusion. Des phénomènes rapides au sein d'une microstructure très fine sont maintenant observables.

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	7
1 Bibliographie	11
1.1 Introduction	13
1.2 Essais de criquabilité	18
1.2.1 Essais concernant la solidification lors de procédés de soudage	19
1.2.2 Essais concernant la solidification en coulée	20
1.3 Critères de fissuration à chaud	24
1.3.1 Critère de Feurer	24
1.3.2 Critère de Clyne et Davies	24
1.3.3 Critère Rappaz-Drezet-Grémaud (RDG)	25
1.3.4 Critère de Suyitno	27
1.4 Caractérisation mécanique d'un matériau semi solide	28
1.4.1 Essais mécaniques en conditions isothermes	29
1.4.2 Essais en conditions anisothermes	37
1.5 Modélisation du comportement en déformation à l'état semi solide	41
1.5.1 Modélisation de l'écoulement du liquide (perméabilité)	41
1.5.2 Modélisation scalaire du comportement	44
1.5.3 Modélisation tensorielle du comportement	45
1.5.4 Modélisation de la fissuration à chaud	47
1.6 Caractérisation de la phase solide à chaud	53
1.6.1 Généralités sur la déformation à chaud	53
1.6.2 Essais à l'état solide	55
1.7 Observations microscopiques de l'état semi solide	60
1.7.1 Essais <i>post mortem</i>	62
1.7.2 Essais <i>ex-situ</i>	63
1.7.3 Essais <i>in situ</i>	64
1.8 Conclusion et objectifs	68
2 Loi de comportement de la phase solide	70
2.1 Essais de compression	71
2.1.1 Elaboration des matériaux	71
2.1.2 Observations de la microstructure avant déformation	73
2.1.3 Protocole d'essais	73
2.1.4 Résultats bruts	75

2.1.5	Observations de la microstructure après déformation	76
2.2	Analyse des résultats	77
2.3	Discussion	81
2.3.1	Comparaison avec la littérature	81
2.3.2	Extension du modèle au cas de la solidification	84
2.4	Conclusion	89
3	Fissuration à chaud	90
3.1	Matériaux utilisés	91
3.2	Techniques expérimentales	92
3.2.1	Microtomographie synchrotron	92
3.2.2	Présentation du dispositif d'essais <i>in situ</i>	94
3.2.3	Essais <i>in situ</i> discontinus	96
3.3	Traitement d'images	98
3.3.1	Reconstruction des volumes	98
3.3.2	Formatage et recalage des volumes	99
3.3.3	Binarisation des volumes	99
3.4	Présentation et analyse des résultats	101
3.4.1	Conditions isothermes	102
3.4.2	Conditions de solidification	122
3.5	Discussion	139
3.6	Conclusion	164
4	Tomographie rapide	166
4.1	Généralités	167
4.2	Présentation du dispositif conçu	167
4.3	Matériaux utilisés	171
4.4	Protocole expérimental	172
4.5	Derniers résultats	174
4.6	Conclusion	178
5	Conclusion	179
	ANNEXE I	192
	ANNEXE II	199
	ANNEXE III	201

INTRODUCTION

Le comportement des alliages métalliques à l'état pâteux est un sujet d'étude qui retient l'intérêt des industriels de la métallurgie. En effet, la modélisation de ce comportement peut permettre la maîtrise des étapes critiques de l'élaboration de matériaux industriels, et donc l'amélioration de leur propriétés et performances de service. Les procédés nécessitant un passage à l'état semi solide sont nombreux : moulage de pièces, coulée continue ou semi-continue, soudage laser, TIG ou par faisceau d'électrons, thixoformage... Au cours de ces procédés, des hétérogénéités de composition se créent dans le milieu semi solide lors de la solidification. Par ailleurs, un alliage à l'état pâteux ne présente aucune résistance à un effort de traction avant la coalescence des grains solides, ce qui conduit aisément à l'ouverture de fissures. Celles-ci peuvent être soit comblées par un apport en liquide, soit mener à la fissuration à chaud du matériau ce qui serait préjudiciable à toute transformation ultérieure du produit. La fissuration à chaud est un défaut majeur qui apparaît en fin de solidification lorsque le matériau est trop sollicité par un état de contrainte dilatatant. En dépit des nombreuses études déjà menées sur le sujet, le comportement de la zone pâteuse est loin d'être compris dans sa totalité. Dans le cas d'un moulage par injection à l'état semi solide, la fraction de solide est de l'ordre de 50%, le comportement est généralement décrit par une viscosité apparente dépendant du temps et du taux de cisaillement. De nombreux modèles décrivant bien le comportement homogène de l'alliage semi solide au cours du formage ont été proposés. Cependant à fortes fractions de solide les grains solides commencent à interagir, entraînant une déformation hétérogène du matériau due à la ségrégation du liquide et à la densification du squelette solide. Cette situation est similaire lorsque la structure est dendritique. Une déformation hétérogène peut être problématique lorsque la fraction de solide est importante et que des films de liquide persistent. Cela peut mener à la fissuration à chaud. Ces différents phénomènes intervenant lors de la déformation d'un milieu semi solide ont été étudiés au moyen de tests mécaniques (cisaillement, compression simple ou drainée, traction, etc.) sur différents systèmes d'alliages et à différentes échelles pour des conditions d'essais variées (essais en solidification, en conditions isothermes...). L'objectif était de déterminer le comportement rhéologique du milieu pâteux, puis le comportement mécanique de la phase solide. Des critères de fissuration à chaud ont par ailleurs été déterminés à l'échelle macroscopique par le biais d'essais thermo-mécaniques. Ce type d'approche est intéressant pour les modélisations macroscopiques de procédés ne tenant pas compte du détail des phénomènes intervenant. Il est aujourd'hui nécessaire de mieux comprendre le comportement de la zone pâteuse au niveau local, ce qui est désormais possible, pour plusieurs raisons :

- Les limites de l'approche macroscopique sont bien connues : celle-ci n'aborde pas les

phénomènes physiques dans leur ensemble et ne permet pas le couplage entre les différentes échelles.

- Les capacités du matériel informatique connaissent un progrès fulgurant qui permet de réaliser d'une part des simulations complexes à l'échelle microscopique, et d'autre part de les coupler à des simulations à l'échelle des procédés.

- De nouveaux outils expérimentaux pour la caractérisation de la microstructure d'alliages métalliques ont été développés, en particulier la tomographie par rayons X qui permet l'imagerie en 3D d'un échantillon. De plus, des progrès récents dans l'utilisation de la source synchrotron pour l'acquisition d'images permettent d'effectuer des essais de traction à haute température *in situ* lors de prises d'images de tomographie, pendant la déformation et la solidification d'alliages métalliques. Des limites en termes de résolutions spatiales et temporelles persistent mais sont repoussées chaque année. Les travaux de thèse ici présentés ont été effectués au laboratoire SIMaP (Sciences et Ingénierie des Matériaux et Procédés) et s'inscrivent dans le cadre du projet ANR Blanc "SiMuZAl" (Numerical Simulation of the Mushy Zone behavior in Aluminium alloys). Ce projet consiste à étudier le comportement des alliages d'aluminium à l'état semi solide afin de mieux comprendre les changements de microstructures et la formation de défauts au cours de la solidification, puisqu'ils peuvent affecter notablement les propriétés du matériau final. Pour cela, des simulations à petite échelle au niveau d'un volume élémentaire représentatif (VER) ont été développées lors de la thèse de Jean-François Zaragoci (CEMEF) afin de modéliser la déformation du mélange semi solide, le VER étant défini par des volumes de tomographie X synchrotron obtenus à l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF). Cette technique d'imagerie permet l'observation en 3D d'un échantillon massif avec, dans notre cas, un bon contraste d'absorption entre les phases liquide et solide du fait de l'utilisation d'un alliage binaire Al-Cu. Ce système d'alliage est par ailleurs un bon candidat pour l'étude de la fissuration à chaud. Les simulations ont été validées par des images 3D issues de tomographie *in situ* qui ont permis d'obtenir des informations en volume sur des échantillons soumis à des déformations en traction afin d'observer la formation de défauts tels que la fissuration à chaud. Etant donné que les défauts de ce type sont très localisés dans les films de liquide présents en fin de solidification, avant la coalescence complète des grains, des informations locales sur les champs de déformation locaux ont été obtenues par corrélation d'images en 3D. Afin d'apporter une modélisation du comportement mécanique de certains alliages d'aluminium, nous nous intéresserons dans ce mémoire à la caractérisation mécanique de la phase solide d'un alliage à l'état pâteux. D'autre part, nous étudierons les évolutions de la microstructure d'échantillons d'alliages d'aluminium à l'état semi solide au cours d'un essai de traction *in situ*. Pour cela nous exploiterons des volumes obtenus par microtomographie synchrotron au moyen d'outils d'analyse d'images, en partie développés au cours de ces travaux de thèse. Une simulation numérique effectuée par le CEMEF (So-

phia Antipolis) viendra souligner le lien fort entre la caractérisation mécanique du solide et l'utilisation de la microtomographie. Enfin, une modification d'un modèle granulaire 2D développé au laboratoire SIMaP sera proposée et confronté à l'expérience. Le premier chapitre de cette thèse est consacré à la définition de la fissuration à chaud et dresse un état de l'art concernant les différentes approches utilisées pour étudier ce phénomène. A l'issue de cette revue bibliographique, les objectifs de l'étude seront à nouveau définis. Le second chapitre traite de l'établissement d'une loi de comportement de la phase solide, dont la composition est comprise entre 0 et 5.65 pds.%Cu, valide sur la ligne de solidus. Une telle loi de comportement est nécessaire pour effectuer des simulations numériques faisant intervenir la solidification du matériau pendant sa déformation. Le troisième chapitre portera sur les expériences amenée au synchrotron en fin d'année 2009, et plus précisément sur le matériel utilisé ainsi que les méthodes de traitement d'images brutes afin d'extraire les informations contenues dans celles-ci. Nous exploiterons ensuite ces résultats afin de montrer les différences entre une fissuration à chaud se produisant en conditions isothermes ou en cours de solidification. Une simulation effectuée par Jean-François Zaragoci (CEMEF) sera également présentée afin de mettre en évidence le lien fort existant entre les essais mécaniques présentés en début de mémoire et la microstructure observée par tomographie *in situ* dans les conditions citées précédemment. Nous présenterons nos essais réalisés en tomographie rapide dans des conditions isotherme et anisotherme sur des structures de refusion dans un quatrième chapitre. Ces essais ont nécessité la conception et la réalisation d'un dispositif expérimental *in situ* spécifique pour répondre au cahier des charges imposé par nos besoins et les contraintes induite par l'utilisation de ce dispositif au synchrotron de Grenoble (ESRF). Nous conclurons enfin et présenterons les perspectives de ces travaux de thèse.

CHAPITRE 1

Bibliographie

1.1 Introduction

Lors de la solidification d'un alliage non eutectique, il existe un domaine de transition entre l'état liquide et l'état solide. Ce domaine au sein duquel le liquide et le solide co-existent a une étendue en température dépendant de la composition de l'alliage. De plus, le solide formé a une composition qui varie au cours de la solidification, et qui peut être suivie sur un diagramme de phase représentant les transformations de phases à l'équilibre. La figure 1.1 montre pour exemple le diagramme de phases Al-Cu.

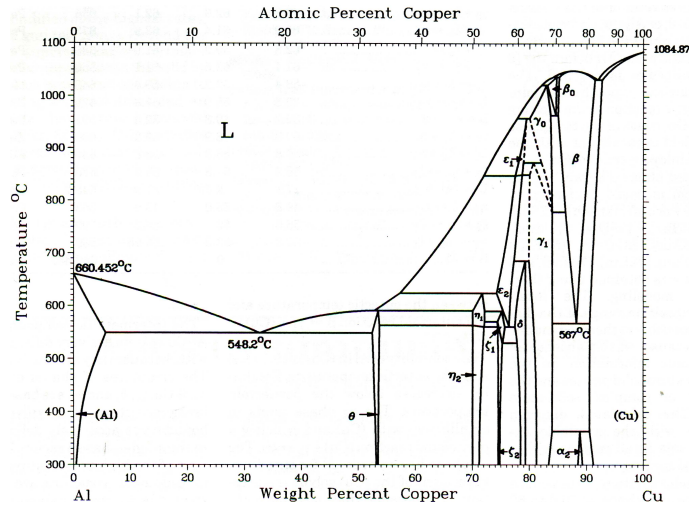


Figure 1.1 – Diagramme de phase des alliages Al-Cu

Notons cependant que la plupart du temps on se place dans le cadre d'une solidification qui est hors d'équilibre et qui s'approche des conditions de Scheil-Gulliver (conditions de diffusion nulle dans le solide, voir équation 1.1). En effet il est admis que les conditions d'équilibre sont encore valables pour une vitesse de refroidissement $\dot{T} < 5K.min^{-1}$, mais au delà l'équation de Scheil-Gulliver est la plus appropriée. Il convient alors de déterminer la composition du solide formé par le biais de l'équation 1.1 représentée graphiquement sur la figure 1.2 [Dantzig & Rappaz, 2009a].

$$C_s = k_0 C_0 (1 - f_s)^{k_0 - 1} \quad (1.1)$$

Où C_s est la concentration du solide en soluté, k_0 le coefficient de partage ($k_0 = \frac{C_s}{C_l}$), C_0 la composition initiale du liquide et f_s la fraction de solide. Dans le cadre de cette loi, l'approximation est faite que le liquidus et le solidus sont des droites, et donc que k_0 est une constante.

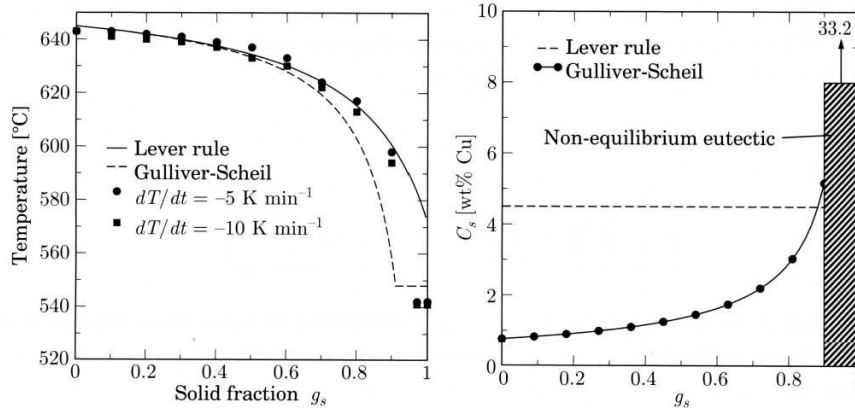


Figure 1.2 – Tracés des lois des segments inverses (lever rule) et de Scheil-Gulliver [Dantzig & Rappaz, 2009a] pour un alliage Al-4.5pds.%Cu. (a) Fraction de solide en fonction de la température; (b) Profils de microségrégation

Lors de la solidification, la microstructure du matériau subit des changements drastiques et son comportement rhéologique varie tout au long de ce processus. Cette évolution de microstructure a fait l'objet de nombreuses études, et il est désormais possible de décomposer le processus de solidification en quatre stades distincts. La figure 1.3 montre l'évolution de la microstructure d'un alliage lors d'un refroidissement unidirectionnel [Dahle & Arnberg, 1996]. Au début de la solidification, des germes de solide apparaissent et croissent sous forme de dendrites dont la forme est dépendante du champ de températures au sein du liquide. La phase solide se présente à ce stade sous la forme d'une suspension dans le liquide et le matériau ne transmet aucun effort. De plus, les dendrites vont murir tout au long de la solidification, c'est-à-dire que les bras de dendrites les plus fins auront tendance à disparaître au profit des plus gros. A mesure que le matériau refroidit, la fraction de solide augmente jusqu'à la fraction dite de cohérence, généralement observée entre 0.25 et 0.6 suivant la morphologie des particules solides [Dahle et al., 2003]. A ce moment les dendrites entrent en contact les unes avec les autres. Plus les germes sont nombreux et plus la structure aura tendance à être équiaxe et fine. Les déformations à ce stade sont majoritairement accommodées par le déplacement du liquide, et de très faibles efforts peuvent être transmis par le milieu semi solide.

La fraction de solide augmentant, un troisième stade est atteint pour une fraction de solide d'environ 0.9. On observe alors une chute de la perméabilité du milieu et le liquide se répartit en films recouvrant les grains solides. La germination étant nulle à ce stade de la solidification, le murissement des dendrites est un facteur prépondérant du changement de microstructure du matériau. De plus, des efforts faibles peuvent être transmis mais le liquide continue à accommoder une partie de la déformation en affluant dans les espaces intergranulaires. Le quatrième stade est la coalescence des dendrites, qui est atteinte pour les alliages l'aluminium à une fraction de solide aux alentours de 0.97. Des

ponts interdendritiques se forment et du liquide se retrouve emprisonné dans la matrice solide.

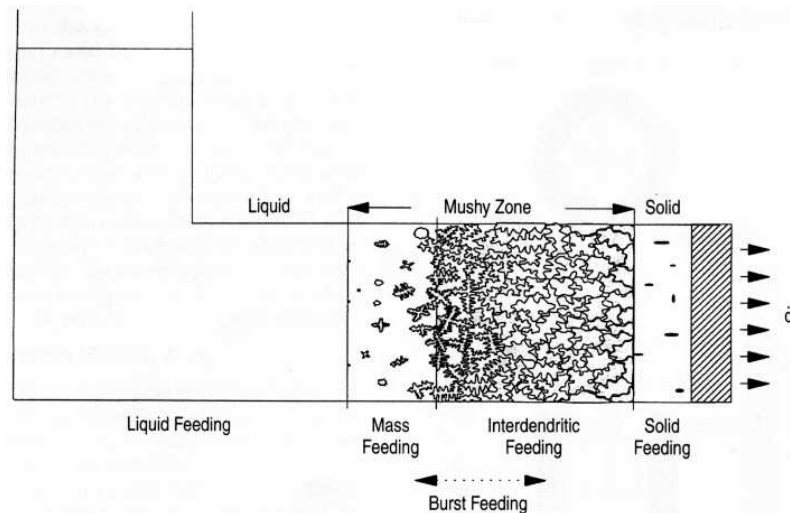


Figure 1.3 – Mécanismes d'alimentation d'un alliage en cours de solidification unidirectionnelle. Un refroidisseur impose un gradient de température sur la droite du schéma. [Dahle & Arnberg, 1996]

Lors de la solidification, plusieurs déformations interviennent au sein du matériau : le retrait de solidification qui est dû au fait que la masse volumique du liquide est plus faible que celle du solide, et la contraction thermique de la phase solide due au refroidissement. Les contraintes extérieures (conditions aux limites, moule, géométrie de la pièce...) ajoutent généralement une troisième composante. Ces déformations entraînent un réarrangement de la microstructure au sein du matériau nécessaire à la préservation de son intégrité. Les déformations doivent être accommodées par la déformation de la phase solide mais aussi par un flux de liquide généré par les contraintes au sein du milieu pâteux. Les zones enrichies en liquide peuvent alors devenir propices à l'ouverture d'une fissure venant de l'extérieur ou encore à l'apparition de pores à l'intérieur même du matériau [Terzi et al., 2009a]. Il s'agit du phénomène de fissuration à chaud, défaut majeur observé lors d'opérations de coulée ou autre processus nécessitant un passage du matériau à l'état semi solide. Il est irréversible et se produit en fin de solidification, lorsque l'alliage est encore dans la zone pâteuse. Un matériau avec un grand intervalle de solidification a une sensibilité à la fissuration à chaud élevée du fait qu'il restera longtemps dans ce domaine de vulnérabilité au sein duquel les grains sont recouverts d'un film de liquide. La surface de solide recouverte par ces films de liquide dépend de la mouillabilité du solide par le liquide [Eskin, 2004]. On appelle mouillabilité la capacité d'un liquide à recouvrir une surface solide. Cette capacité dépend de l'angle de contact θ , dont la figure 1.4 illustre l'influence sur la répartition du liquide à la surface des grains.

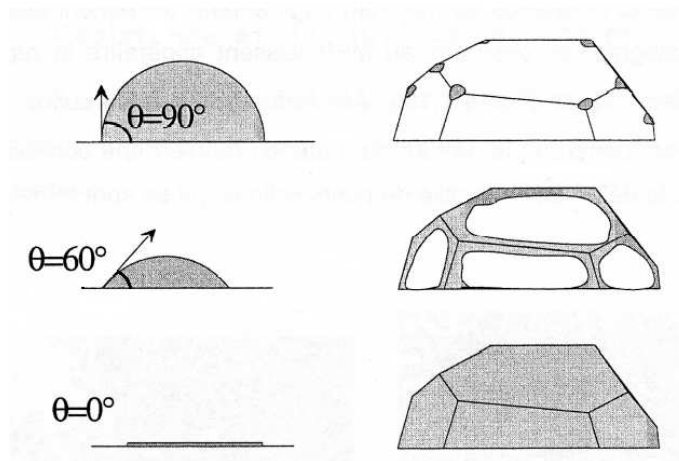


Figure 1.4 – Influence de l'angle de contact sur la mouillabilité du solide par le liquide

Plus cet angle sera élevé, plus le liquide sera concentré aux joints triples, permettant ainsi au squelette solide de préserver sa rigidité. Plus l'angle de contact sera faible et plus le liquide sera réparti uniformément sur la surface des grains, nuisant ainsi à leur coalescence. Une illustration de faciès de rupture à l'état semi solide d'un échantillon d'Al-8pds.%Cu est présentée figure 1.5. L'image en électrons rétrodiffusés montre les différentes phases présentes sur le film solidifié : on peut voir des zones d'alliage eutectique à la surface des grains. Cela met en évidence le fait que la rupture est effectivement intergranulaire, dans des films et des poches de liquide.

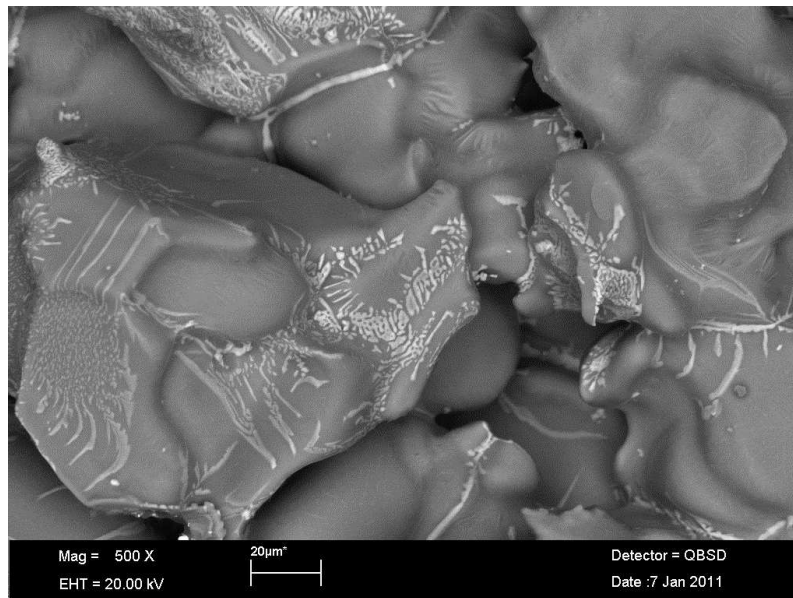


Figure 1.5 – Faciès de rupture à l'état semi solide d'un échantillon d'Al-8pds.%Cu.

Chu et Granger [Chu & Granger, 1996] ont mis en évidence le fait qu'une structure

dendritique fine offre une plus grande contrainte maximale à la traction qu’une structure de refusion partielle après un recuit d’homogénéisation. De même Giraud [Giraud, 2010] a réalisé des essais de traction en refusion et en solidification, montrant une contrainte maximale dépendant de la vitesse de déformation imposée. Cette contrainte maximale est déterminée sur la courbe de contrainte obtenue lors de l’essai. La figure 1.6 montre l’évolution de la contrainte en fonction du déplacement pour l’alliage 6061 en conditions isothermes pour une structure de refusion et une structure de solidification. La contrainte est $\sigma = \frac{F}{S}$ avec F la force mesurée et S la section de l’éprouvette. La contrainte maximale au pic se lit sur ces courbes et vaut dans ce cas environ 14 MPa.

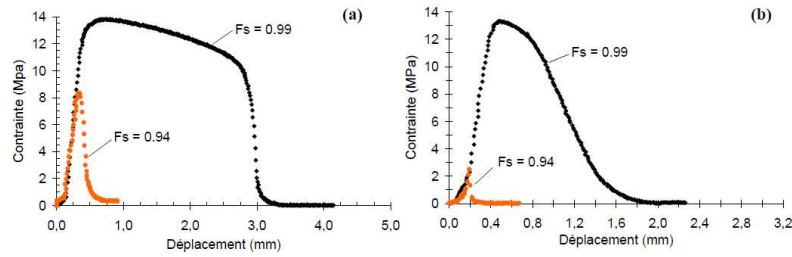


Figure 1.6 – Evolution de la contrainte en fonction du déplacement de la traverse pour l’alliage 6061 en conditions isotherme sur une structure (a) de refusion, et (b) de solidification, pour deux fraction de solide F_s , pour une vitesse de déplacement de 0.1 mm.s^{-1}

La figure 1.7 montre la synthèse de ses résultats sur un alliage 6061 soumis à différentes vitesses de déformation et à différentes fractions de solide en conditions de refusion et de solidification. Les résultats ont montré que la répartition du liquide contrôle à la fois la contrainte maximale et la ductilité du matériau semi solide. En effet le liquide se répartit préférentiellement soit en films, soit en poches, et la transition entre ces deux stades génère un état de fragilité. Il existe une différence notable entre les essais en conditions de refusion et en conditions de solidification, plus particulièrement pour les fractions de solide égales à 0.95 et 0.97. Le comportement non linéaire observé à la fraction de solide $f_s = 0.97$ en conditions de solidification est reproductible mais demeure inexpliqué [Fabrègue, 2004, Fabrègue et al., 2006, Giraud, 2010]. Pour observer l’influence de la taille de grains seule sur le comportement mécanique du matériau, Williams et Singer [Williams & Singer, 1968] ont procédé à des essais sur un alliage Sn-Pb à l’état semi solide avec des tailles de grains différentes. Il apparaît que plus la structure est fine, plus le matériau a une résistance élevée. Afin de mieux comprendre la fissuration à chaud, de nombreux essais expérimentaux ont été conçus pour déterminer des lois de comportement du solide. Par ailleurs, des modèles rhéologiques de l’état pâteux validés par l’expérience ont été développés. Ces modèles rhéologiques présentent deux approches bien différentes.

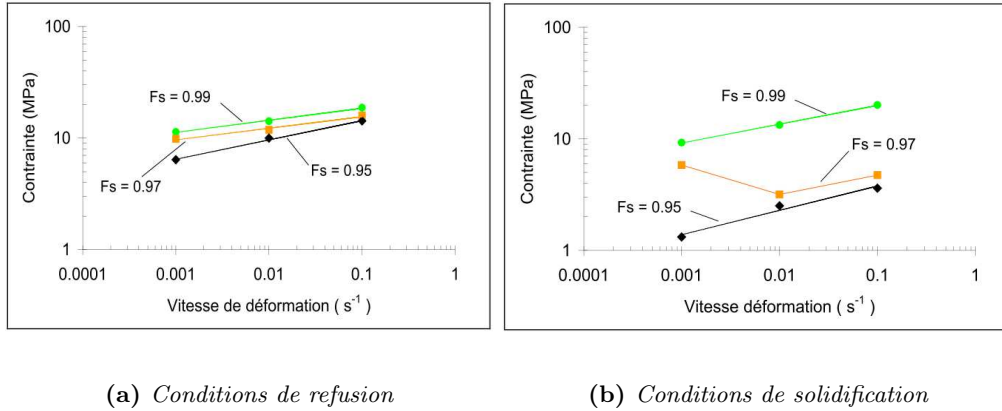


Figure 1.7 – Variation de la contrainte maximale en fonction de la vitesse de déformation lors d'un essai de traction à l'état semi solide pour l'alliage 6061 [Giraud, 2010]

D'une part les modèles du type suspension dont le principe est de considérer un matériau de départ à l'état liquide dont la viscosité est connue. Ces modèles traduisent la formation de solide par une viscosité apparente du milieu augmentant lors de la solidification. Il est difficile de rendre compte du comportement du matériau à fortes fractions de solide avec ce type de modèle. Dans l'autre cas le matériau est considéré comme un solide dans lequel on apporte du liquide lors de sa refusion. Il est alors difficile de rendre compte de la rhéologie du milieu à faibles fractions de solide. A ce jour il n'existe pas de modèle pouvant traiter la solidification complète d'un alliage, notamment le domaine de transition entre la cohérence et la coalescence.

La fissuration à chaud et les propriétés mécaniques du matériau étant étroitement liées, de nombreux essais ont été mis au point pour déterminer la sensibilité d'un matériau à ce phénomène - sa criquabilité. Ces essais consistent à solidifier un alliage en le soumettant aux conditions permettant l'apparition d'une fissuration à chaud et ensuite classer les alliages testés sur une échelle de criquabilité. Des critères de fissuration existent par ailleurs et sont généralement basés sur le fait que l'apport de liquide dans les zones les plus déformées est insuffisant pour accommoder la déformation. Des détails supplémentaires se trouvent dans la section 1.3.

1.2 Essais de criquabilité

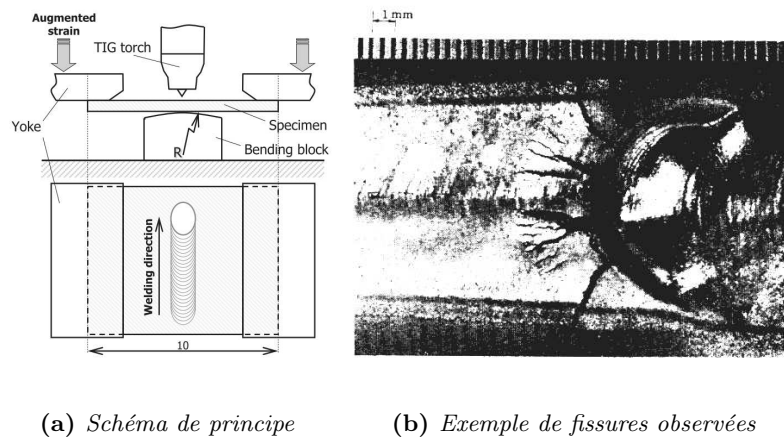
Les essais de criquabilité consistent à solidifier une pièce à géométrie étudiée pour accentuer des déformations localisées lors de la solidification et permettent ainsi d'évaluer la sensibilité du matériau à la fissuration à chaud. Cette criquabilité est intéressante à déterminer pour optimiser des procédés de mise en forme nécessitant la solidification d'un alliage tels que la coulée ou le soudage. Afin d'être au plus proche des conditions de

solidification imposées par ces procédés, différents essais ont été conçus.

1.2.1 Essais concernant la solidification lors de procédés de soudage

1.2.1.1 Les essais Varestraint et trans-Varestraint

Une éprouvette est soumise à une déformation connue dans la direction du soudage [Cross et al., 2003]. Cette déformation est due à un effort de flexion imposé à une extrémité de l'éprouvette, l'autre extrémité étant encastrée sur un mandrin cylindrique de rayon connu. La variante trans-Varestraint de cet essai consiste à exercer l'effort de flexion perpendiculairement au cordon de soudure. La sensibilité à la fissuration à chaud est alors déterminée par la longueur totale des fissures. Certains paramètres tels que la composition du métal d'apport et le type de soudage sont aussi pris en compte. Un schéma de dispositif trans-Varestraint et un exemple de fissure obtenue avec ce type d'essai sont montrés sur la figure 1.8.



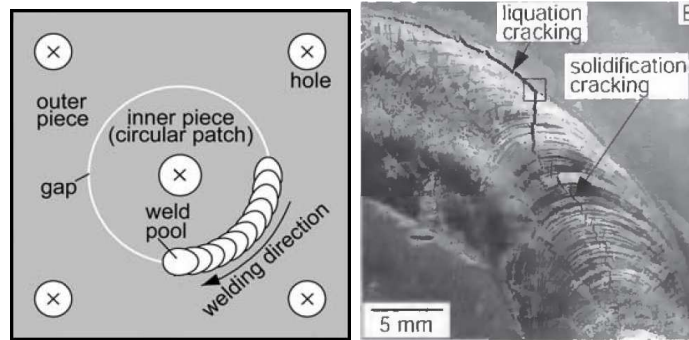
(a) Schéma de principe

(b) Exemple de fissures observées

Figure 1.8 – Essai trans-Varestraint [Senda et al., 1971]

1.2.1.2 Circular patch test (CPT)

Cet essai consiste à réaliser un cordon de soudure circulaire sur une tôle plane. Il est généralement réalisé par soudage TIG [Mousavi et al., 1997]. Lors de cet essai l'électrode reste fixe, la tôle est en rotation. La contrainte appliquée sur le cordon lors de la soudure est imposée par les dimensions de la tôle et la criquabilité est déterminée par la longueur cumulée des fissures. Une illustration de ce procédé est proposée sur la figure 1.9(a) et un exemple de fissure est illustré sur la figure 1.9(b).



(a) Schéma de principe (b) Exemple de fissures observées

Figure 1.9 – Circular Patch test (CPT) [Huang & Kou, 2004]

1.2.1.3 Test Sigmajig

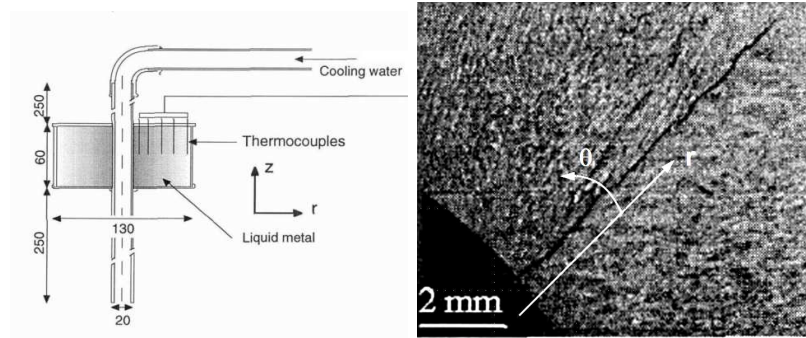
Ce test consiste à appliquer un effort de traction uniforme perpendiculairement au cordon de soudure avant et durant l'opération [Cross et al., 2003, Mossman & Lippold, 2002]. Le test est répété avec un effort de traction croissant jusqu'à l'apparition de fissures. La contrainte appliquée à ce moment est prise comme valeur de criquabilité. Il a été prouvé que l'état de contrainte appliqué à l'assemblage est déterminant pour l'apparition des fissures. Notamment, une mise en compression de l'ensemble empêche la formation de fissure lors de la solidification du bain liquide [Mossman & Lippold, 2002].

1.2.2 Essais concernant la solidification en coulée

1.2.2.1 Ring mold test

Cet essai est utilisé la plupart du temps pour étudier la criquabilité des alliages d'aluminium [Eskin, 2004, Wang et al., 2002, Drezet, 1999]. Il est simple à réaliser et à mettre en œuvre comme on peut le voir sur la figure 1.10(a) [Eskin, 2004]. Le moule est constitué d'un matériau à faible coefficient de dilatation thermique et à point de fusion bien supérieur à celui de l'alliage à étudier. Les dimensions du cylindre intérieur sont à adapter au retrait de solidification du matériau étudié. Lorsqu'on verse l'alliage liquide dans le moule, celui-ci va se solidifier en étant bridé par le cylindre intérieur qui est considéré indéformable. Cela place l'anneau formé en traction et les fissures qui apparaîtront seront radiales (figure 1.10(b)). Le critère de sensibilité à la fissuration à chaud sera alors la longueur de la plus grande fissure, ou alors la longueur cumulée des fissures rapportée au périmètre de la section radiale de l'anneau coulé. Ces longueurs sont mesurées à température ambiante. La vitesse de refroidissement étant difficile à contrôler pour cet essai, l'information obtenue

n'est que qualitative. Il a été montré que la température de l'alliage liquide a une grande influence sur les résultats, alors que celle du moule a une très faible influence, même s'il est préférable de le préchauffer légèrement [Eskin, 2004].



(a) Schéma de principe

(b) Image de fissure

Figure 1.10 – Ring mold test [Drezet, 1999]

1.2.2.2 Test du doigt froid

Cet essai illustré figure 1.11(a) consiste à insérer un élément en cuivre refroidi par une circulation d'eau à l'intérieur d'un bain d'alliage en fusion. La température du bain peut être contrôlée précisément et un maintien à température fixée est possible. De même, la température du refroidisseur peut être contrôlée précisément par la température de l'eau. Le refroidisseur et le creuset sont des cônes de même ouverture angulaire, permettant ainsi de former une coque de 10mm d'épaisseur autour du refroidisseur. Lorsque l'alliage est prêt pour commencer l'essai, le refroidisseur est inséré à une profondeur définie dans le bain. L'alliage se solidifie autour et le front de solidification est perpendiculaire à la surface d'échange. Les fissures sont initiées à l'endroit où le diamètre est le plus grand, c'est-à-dire la surface supérieure de la coque formée. Ces fissures se propagent vers le bas puis s'arrêtent (figure 1.11(b)). Une fois que le refroidissement est complet, la coque est extraite et on mesure la longueur des fissures à partir de la section de plus grand diamètre de la coque. Cette valeur exprime la criquabilité du matériau étudié.

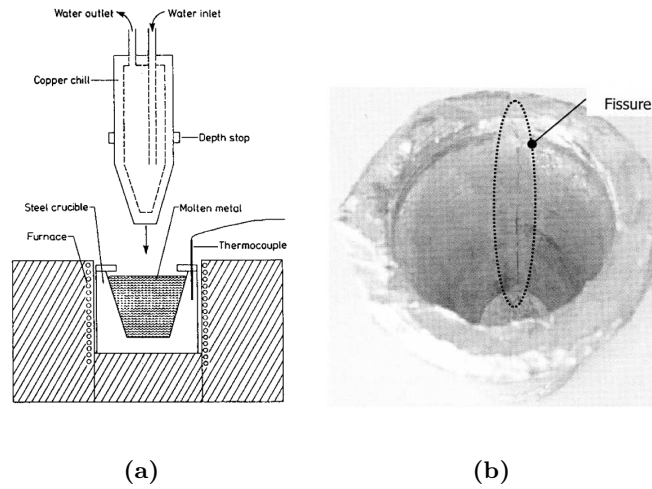


Figure 1.11 – *Test du doigt froid. (a) Schéma de principe [Eskin, 2004], (b) Exemple de fissure [Ludwig, 2004]*

1.2.2.3 Test de l'os de chien

Le nom de l'essai vient de la forme caractéristique de l'éprouvette montrée figure 1.12(a). La géométrie du moule peut se décliner en plusieurs variantes quant aux dimensions et au mode de remplissage mais le principe reste le même. L'alliage en fusion est versé dans le moule et vient remplir les extrémités en englobant les mors. Les contraintes dues au retrait de solidification et à la contraction du solide seront concentrées dans la partie centrale de l'éprouvette. Les fissures observées seront perpendiculaires à la direction de solidification, et la longueur des fissures sera la mesure de la criquabilité du matériau considéré.

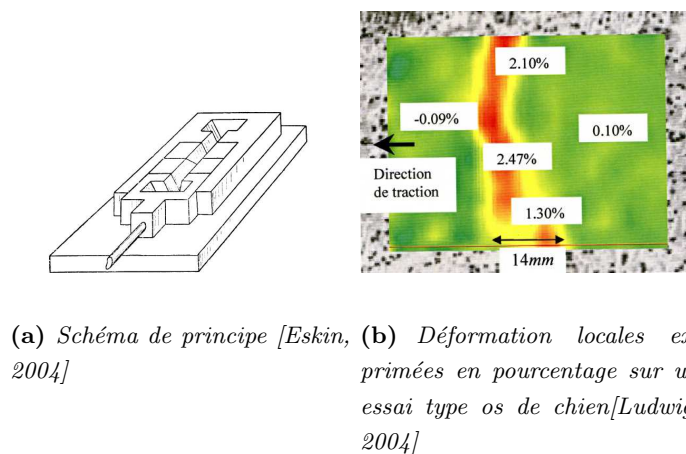


Figure 1.12 – *Essai de l'os de chien*

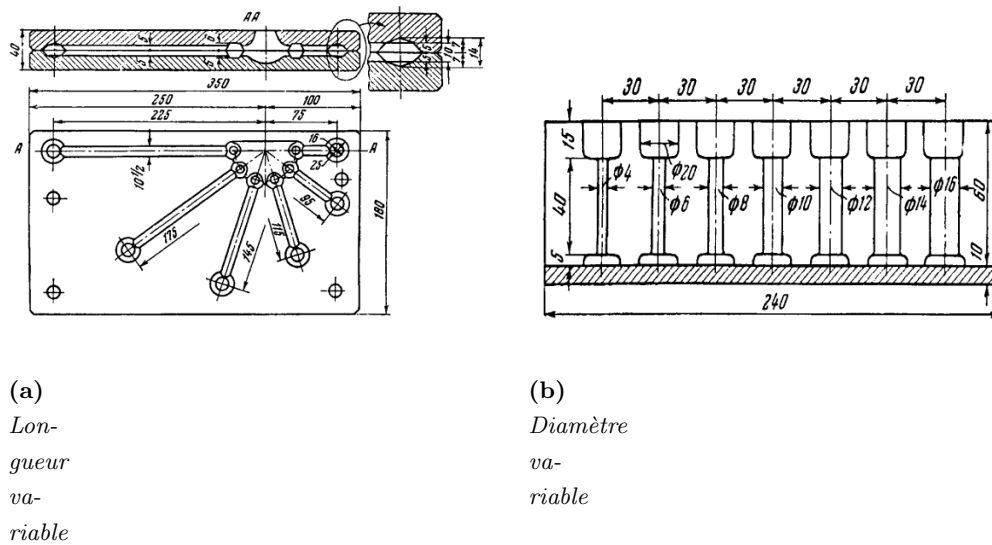


Figure 1.13 – Moule os de chien multiples [Eskin, 2004]

La figure 1.12(b) montre les mesures de déformations locales réalisées par corrélation d'image. Le motif de corrélation est un mouchetis formé par des grains de carbure de silicium. Il existe des moules multiples pour réaliser plusieurs éprouvettes à la fois (figure 1.13), de longueur ou de diamètre variables. Les sensibilités à la fissuration à chaud sont alors respectivement la longueur de la plus petite éprouvette fissurée et le plus grand diamètre des éprouvettes fissurées.

1.2.2.4 Test de Tatur

Le test de Tatur est aussi un essai de solidification contrariée. A la différence d'un os de chien multiple, les barreaux et l'anneau extérieur sont d'un seul tenant. L'alliage en fusion est versé au point de convergence des futurs barreaux et se répand jusque dans l'anneau extérieur (figure 1.14). Les éprouvettes vont alors se fissurer partiellement ou totalement selon leur longueur. La criquabilité de l'alliage est alors déterminée par la longueur de la plus grande éprouvette fissurée.

Bilan

Ces essais de criquabilité donnent des informations principalement qualitatives quant à la sensibilité à la fissuration à chaud des matériaux étudiés. Grâce des essais du type os de chien ou Tatur, il est possible de déterminer une géométrie de moule pouvant éviter la fissuration à chaud, cependant l'information est macroscopique et ne permet pas d'expliquer les causes de la fissuration à chaud. Ces essais peuvent servir à la validation de critères de fissuration à chaud comme l'a fait par exemple Drezet avec le ring mold test

[Drezet, 1999]. Ces critères sont passés en revue de manière non exhaustive dans la section suivante.

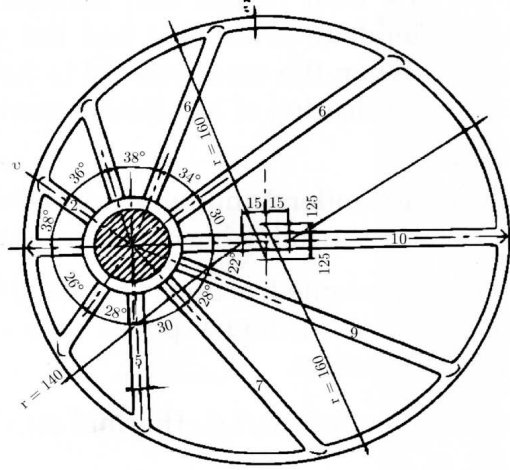


Figure 1.14 – Eprouvette de Tatur [Dantzig & Rappaz, 2009a]

1.3 Critères de fissuration à chaud

La modélisation du phénomène de fissuration à chaud nécessite l'introduction de critères de fissuration. Il en existe de nombreux, mais ne seront présentés ici que quelques uns. Eskin et al. [Eskin & Katgerman, 2007] ont réalisé une synthèse des critères existants, le lecteur pourra se reporter à cette référence pour de plus amples détails.

1.3.1 Critère de Feurer

Ce critère ne prend en compte que le manque d'alimentation en liquide du milieu pour initier une fissure. Si la vitesse de variation de volume causée par le retrait de solidification (SRG) est supérieure à celle de l'alimentation en liquide (SPV), alors un pore apparaît. Le critère de fissuration se résume mathématiquement par l'équation 1.2. Les déformations thermomécaniques dues au processus de solidification sont négligées, ce qui constitue le principal défaut de ce critère [Feurer, 1976].

$$SRG > SPV \Rightarrow \text{fissuration} \quad (1.2)$$

1.3.2 Critère de Clyne et Davies

Clyne et Davies [Clyne & Davies, 1979] ont une approche de la solidification comme elle est décrite dans la section 1.1. Le critère qu'ils ont défini est basé sur le temps passé dans l'intervalle de températures de vulnérabilité à la fissuration à chaud. Le temps passé

dans les stades précédant la transmission d'efforts au sein du milieu semi solide, et donc pendant lequel les contraintes sont relaxées est noté t_R . Dès la formation de films de liquide interdendritiques le matériau est vulnérable et le temps passé dans ce domaine est noté t_V . La sensibilité à la fissuration à chaud (Hot Cracking Sensitivity ou HCS) est déterminée par le quotient de ces deux valeurs. Ce critère ne repose que sur le temps passé dans un intervalle présumé de vulnérabilité, négligeant ainsi tout effet de retrait de solidification et de contraction thermique. De plus le facteur HCS étant un rapport entre deux temps, les effets de la vitesse de solidification ne sont pas pris en compte. Ce critère ne repose donc que sur l'étendue de l'intervalle de solidification de l'alliage, c'est à dire uniquement sur sa composition.

$$HCS = \frac{t_V}{t_R} \quad (1.3)$$

1.3.3 Critère Rappaz-Drezet-Grémaud (RDG)

Ce critère repose, comme le critère de Feurer, sur le fait que l'alimentation en liquide au sein d'une zone soumise à une déformation est déterminante pour l'apparition de fissures. Le critère RDG prend aussi en compte le retrait de solidification et la contraction thermique [Rappaz et al., 1999]. La figure 1.15 décrit le principe de ce critère. Le gradient de température \mathbf{G} est considéré unidirectionnel selon x , tout comme la vitesse du liquide. Le solide quand à lui est soumis à une déformation causée par le retrait de solidification et la contraction thermique dans la direction perpendiculaire aux axes principaux des dendrites. Sur la droite de la figure un graphe représente l'évolution de la pression au sein du liquide. Selon ces hypothèses, l'équation de la conservation de la masse en régime établi peut s'écrire :

$$-\beta v_T \frac{\partial g_s}{\partial x} + \frac{\partial(g_l v_{lx})}{\partial x} + (1 + \beta) \frac{\partial(g_s v_{sy})}{\partial y} = 0 \quad (1.4)$$

Avec $\beta = \frac{\rho_s}{\rho_l} - 1$ le coefficient de retrait de solidification, g_s la fraction volumique de solide, g_l la fraction volumique de liquide, v_{sy} la vitesse du solide, v_{lx} la vitesse du liquide, et v_T la vitesse des isothermes.

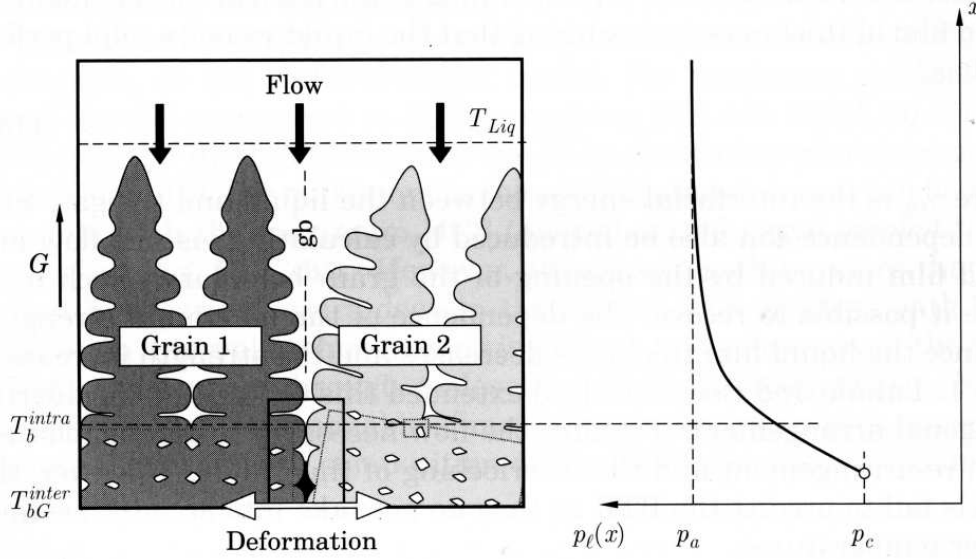


Figure 1.15 – Le critère RDG prend en compte les déformations thermomécaniques du solide, l’afflux de liquide interdendritique et la chute de pression au sein du liquide ([Rappaz et al., 1999] dans [Dantzig & Rappaz, 2009a])

Le liquide ne subit pas de dépression à la pointe des dendrites, alors que la pression chute drastiquement lorsque des gouttes de liquide sont emprisonnées dans la matrice solide. Comme la plupart des autres modèles, le critère RDG prend en compte une fraction de coalescence allant de 0.9 à 0.96, selon que le liquide est réparti respectivement à l’intérieur des grains (noté $g_s(T_b^{intra})$) ou aux joints de grains (noté $g_s(T_b^{inter})$). La déformation au sein du milieu pâteux est considérée uniforme [Dantzig & Rappaz, 2009a]. Ce modèle a été étendu pour tenir compte de la propagation des fissures [Braccini et al., 2000] en prenant en compte la rhéologie du milieu pâteux. Ce dernier modèle est valide pour une structure dendritique colonnaire ou équiaxe.

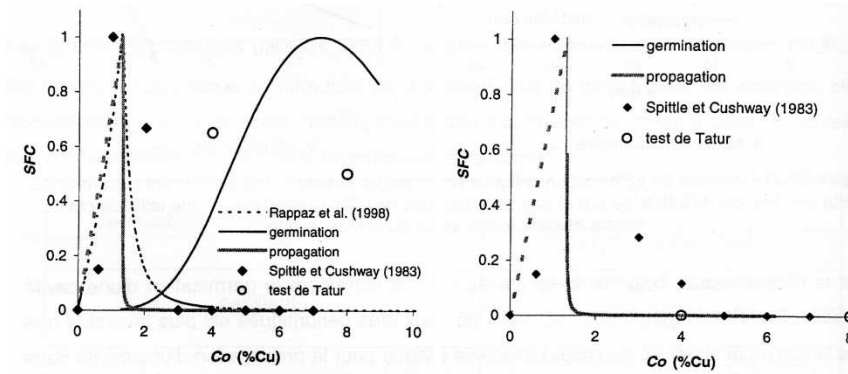


Figure 1.16 – Critères de fissuration à chaud en fonction de la composition pour les deux types de structures dendritiques d’un alliage Al-8pds.%Cu [Braccini, 2000]

Une synthèse des résultats obtenus avec ces différents critères est proposée sur la figure 1.16 et la figure 1.17. Ces graphes expriment la sensibilité à la fissuration à chaud (SFC ou HCS) en fonction de la composition de l'alliage Al-Cu. On observe un intervalle de composition pour lequel la sensibilité à la fissuration à chaud est proche de 1 quel que soit le critère utilisé. Les valeurs de SFC les plus grandes sont obtenues entre 0 et 2 pds.%Cu pour les alliages binaires Al-Cu.

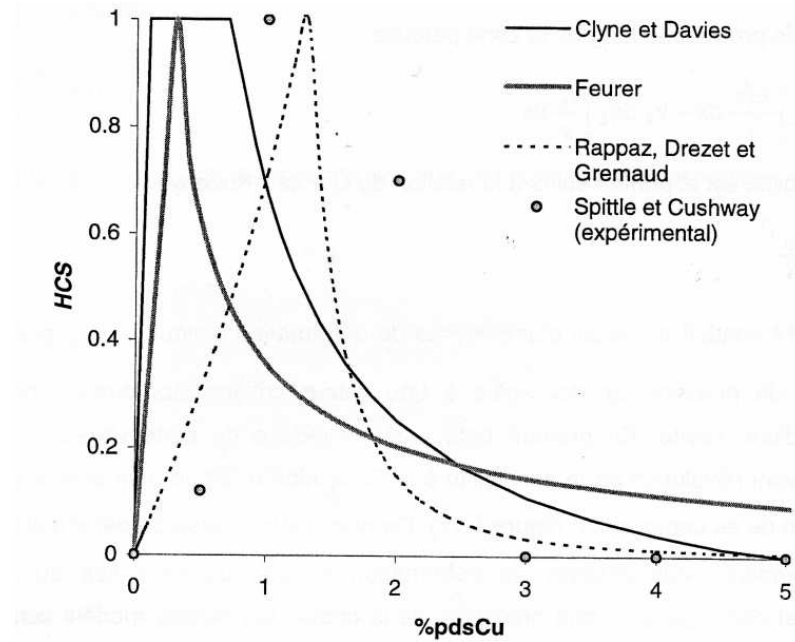


Figure 1.17 – Comparaison de plusieurs critères de fissuration à chaud et les points expérimentaux de Spittle et al. [Spittle & Cushway, 1983] en fonction de la composition d'un alliage Al-Cu [Braccini, 2000]

1.3.4 Critère de Suyitno

Suyitno et al. [Suyitno et al., 2002] ont développé un modèle basé sur le manque d'alimentation en liquide en fin de solidification. Il prend en compte les variations de fraction de solide, de liquide et de pores dans le matériau et détermine le fait qu'une microporosité donne lieu ou non à une fissure en utilisant le critère de Griffith.

Un schéma de principe du critère est présenté sur la figure 1.18. Si l'alimentation en liquide est suffisante pour compenser les déformations, alors aucune porosité ou fissure n'apparaît. Si le liquide vient à manquer, alors il faut déterminer si la porosité se propagera pour créer une fissure. Cela est déterminé par l'équation 1.5 traduisant la relation qui existe entre le diamètre de la porosité et la contrainte minimale pour qu'elle se propage en une fissure [Suyitno et al., 2002].

$$d = 4\gamma_e \frac{E}{\pi\sigma_m^2} \quad (1.5)$$

Avec d la longueur de la fissure, γ_e la tension de surface de l'alliage liquide, σ_m la contrainte minimale de propagation, et E le module d'Young du matériau à l'état semi solide.

Si $\sigma_m \leq \sigma$, σ étant la contrainte au sein du milieu pâteux, alors la cavité atteint un diamètre critique d_{crit} et la fissure peut se propager. Le module d'Young est dans ce cas déterminé par des essais mécaniques à l'état semi solide semblables à ceux menés par Giraud (cf section 1.4 [Suéry et al., 2001]).

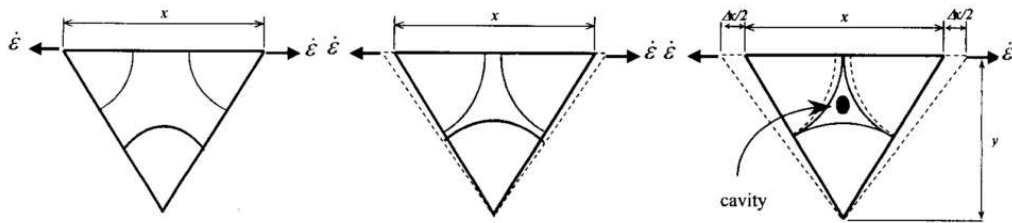


Figure 1.18 – Schéma de principe de la formation d'une cavité à trois stades de la solidification

Bilan

Nous avons vu que les critères de fissuration peuvent faire intervenir de nombreux paramètres afin de se rapprocher au mieux des valeurs expérimentales. Cependant, bien que les essais de criquabilité permettent de classer qualitativement les matériaux en fonction de leur sensibilité à la fissuration à chaud et que les critères soient adaptés, il reste indispensable de caractériser le comportement du matériau à l'état pâteux pour comprendre le processus de solidification dans son intégralité.

1.4 Caractérisation mécanique d'un matériau semi solide

Mener des essais mécaniques sur un matériau à l'état semi-solide donne des informations supplémentaires sur le lien entre la structure du squelette solide et l'accommodation des déformations. Ce lien est un élément essentiel pour comprendre la fissuration à chaud. Ces essais mettent en évidence le comportement rhéologique d'un matériau à l'état pâteux soumis à différentes sollicitations mécaniques : traction, compression et cisaillement. Les essais étant nombreux, seuls les principaux seront présentés ici. Il existe deux façons de porter un matériau à l'état semi-solide : la refusion qui consiste à chauffer l'alliage initialement solide au dessus du solidus, et la solidification pour laquelle l'alliage est porté à

l'état liquide puis refroidi jusqu'à avoir une fraction de solide voulue pour l'essai. Selon le procédé utilisé, les microstructures sont très différentes. Les données extraites de ces essais permettent de proposer des modèles rhéologiques prenant en compte la présence des deux phases, pouvant ainsi prédire le comportement du matériau à l'état semi solide. La fissuration à chaud intervenant en fin de solidification, il ne sera présenté que les essais utilisés pour les études à forte fraction de solide.

1.4.1 Essais mécaniques en conditions isothermes

Les essais en conditions isothermes consistent à stabiliser la température dans le domaine semi solide lors de la sollicitation mécanique. Il y a deux façons d'atteindre la température voulue. Soit l'échantillon est chauffé jusqu'à l'état liquide et est refroidi jusqu'à la température d'essai, soit cet objectif est atteint en chauffant à partir de l'état solide (figure 1.19). Nous allons voir quels essais ont été réalisés dans ces conditions.

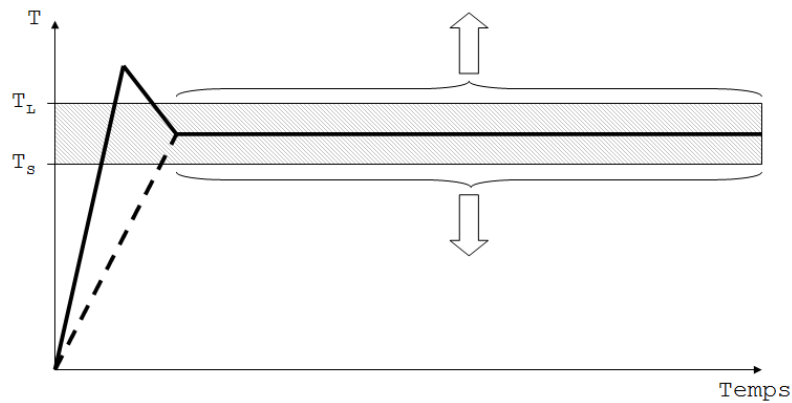


Figure 1.19 – Conditions isothermes : chemin de solidification en trait plein, et de refusion en pointillés

1.4.1.1 Essais de traction - structure de refusion

Lors de cet essai l'éprouvette est chauffée à la température désirée puis on applique un effort de traction jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Le point fort de cet essai est sa relative simplicité de mise en œuvre par rapport à un essai en solidification. En effet la faible fraction de liquide nécessaire à l'essai permet de le réaliser comme s'il s'agissait d'une déformation à chaud : l'échantillon garde sa forme initiale. Le dispositif de chauffage peut être un four à lampes [Giraud, 2010], à induction [Eskin, 2004, Chu & Granger, 1996], ou encore un chauffage par effet Joule avec une machine Gleeble [Eskin, 2004, Fabrègue, 2004, Fabrègue et al., 2006, Phillion, 2004, van Haaften et al., 2000]. Ces essais ont mis en évidence des comportements différents selon les conditions de température et de déformation. Il a été montré qu'il existe une transition ductile-fragile à la température

de solidus. En effet, la présence de films de liquide aux joints de grains rend le matériau fragile. Ce comportement fragile perdure tant que le flux de liquide est insuffisant pour combler les espaces intergranulaires, il faut donc une vitesse de déformation suffisamment faible et une perméabilité du milieu suffisante pour que le flux de liquide puisse remplir son rôle d'accommodation de la déformation, et obtenir cette fois une transition fragile-ductile. Ces variations de comportements ont été étudiées au moyen d'essais de traction en refusion dont le montage est décrit 1.20(a) et les résultats représentés sur la figure 1.20(b) [Magnin et al., 1996]. Des résultats confirmant cette évolution de la ductilité ont été trouvés par Giraud et sont montrés sur la figure 1.21.

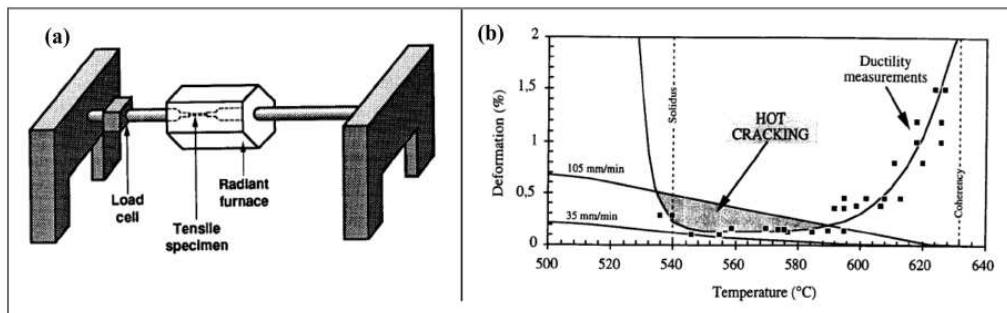


Figure 1.20 – (a) Dispositif de traction en refusion et (b) Résultat type obtenu avec ce genre d'essai réalisé sur un alliage Al-Cu [Magnin et al., 1996]

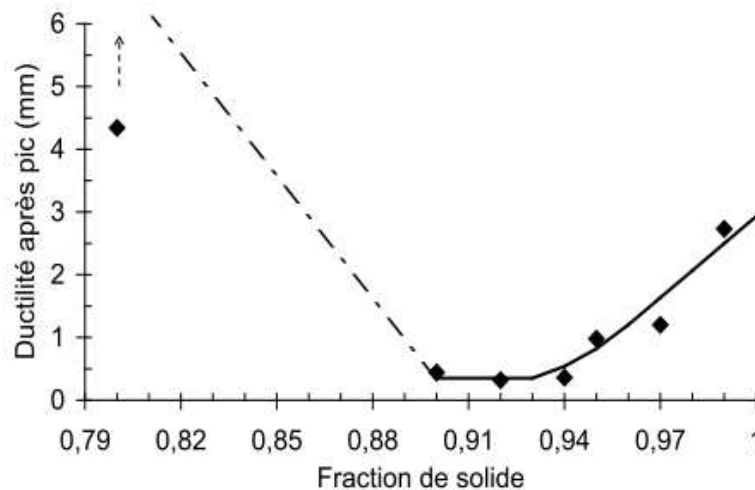


Figure 1.21 – Evolution de la ductilité après pic en fonction de la fraction de solide pour l'alliage 6061 déformé en refusion. La vitesse de déplacement est de 0.1 mm.s^{-1} [Giraud, 2010]

Ces essais en refusion permettent d'accéder à de nombreuses informations sur la ductilité et le comportement mécanique et rhéologique du matériau, mais présentent un inconvénient majeur. En effet la refusion induit une globulisation et une homogénéisation de

la microstructure qui n'est pas représentative d'une microstructure de solidification. Pour obtenir des résultats probants sur la fissuration à chaud lors de la solidification, il est donc nécessaire de faire des essais en solidification.

1.4.1.2 Essais de compression drainée - structure de solidification

Un essai isotherme sur une structure obtenue par solidification reprend le même principe qu'en refusion, à ceci près que l'on part de l'état liquide, puis on refroidit à une température que l'on maintiendra stable dans le domaine semi solide pendant l'essai. La compression drainée est un essai dont il est possible de déduire par exemple la contrainte de compression axiale et la pression interstitielle nécessaire à l'évacuation du liquide à travers un solide poreux en fonction de la fraction de solide. Ce procédé permet également d'obtenir une structure solide de composition donnée en évacuant le liquide au sein d'un milieu semi solide.

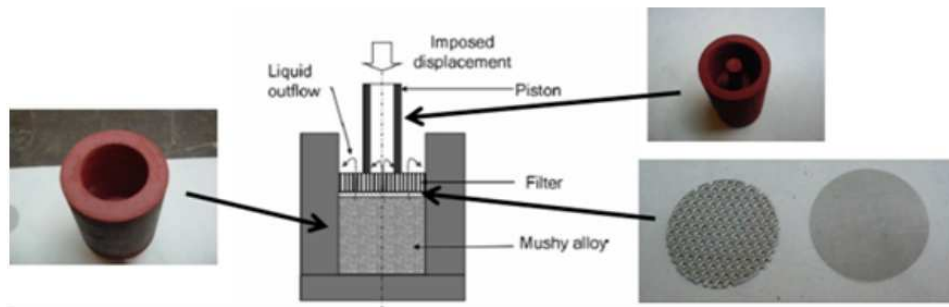


Figure 1.22 – Illustration du dispositif de compression drainée utilisé et photos correspondantes des différentes pièces [Giraud, 2010]

Cet essai est assimilable à une solidification isotherme puisque la fraction de liquide diminue au cours de l'essai. Le dispositif utilisé par Ludwig ([Ludwig, 2004]), puis Giraud [Giraud, 2010] est constitué d'un cylindre creux dans lequel vient s'ajuster un piston, lui aussi creux. L'échantillon est chauffé par un four à lampes jusqu'à l'état liquide puis est refroidi jusqu'à l'obtention de la fraction de solide voulue (et donc de la composition de la phase solide escomptée). Des grilles de filtration sont placées entre l'échantillon et le piston afin de permettre l'évacuation du liquide lorsque le piston comprime l'échantillon. Le dispositif décrit figure 1.22 présente cependant un défaut majeur : du solide est expulsé en fin d'essai, modifiant ainsi le comportement de l'alliage pour les fortes fractions de solide. Ludwig [Ludwig, 2004] a réalisé des essais à 555°C sur un alliage Al-15pds.%Cu à des vitesses de déformation de $\dot{\epsilon}_z = 10^{-3}\text{s}^{-1}$ et $\dot{\epsilon}_z = 5.10^{-4}\text{s}^{-1}$. Les figures 1.23(a) et 1.23(b) montrent respectivement l'évolution de la contrainte axiale en fonction de la déformation axiale ϵ_z et de la fraction de solide f_s au cours de l'essai. Pour chaque graphe il y a un essai interrompu et un essai jusqu'à densification complète.

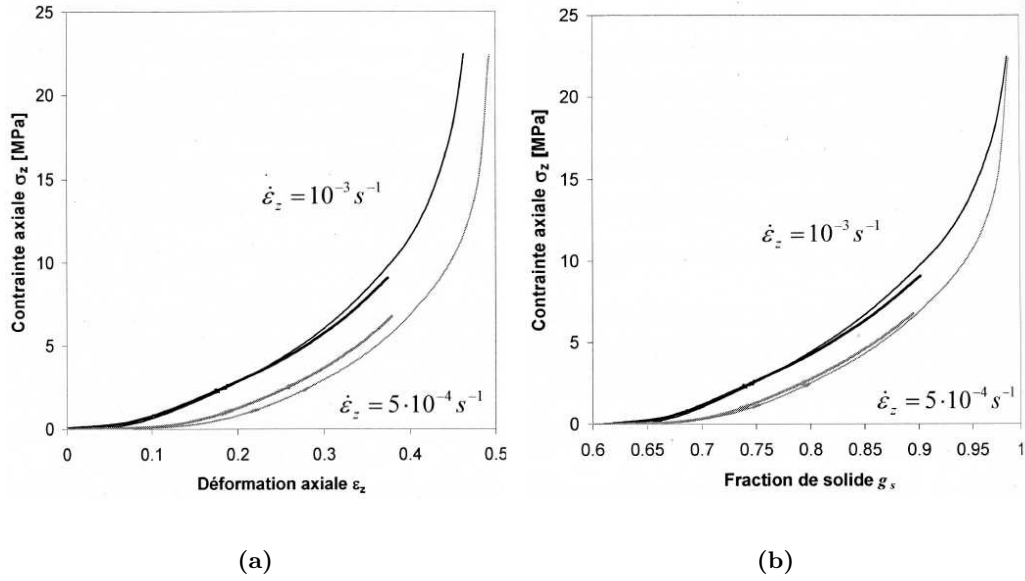


Figure 1.23 – compression drainée d'un alliage Al-15pds.%Cu à 555°C

A partir de ces courbes, des valeurs du coefficient de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation m peut être évalué en considérant que σ_z est proportionnelle à $\dot{\epsilon}_z^m$. Cette détermination reste imprécise puisqu'elle n'est réalisée que sur deux vitesses de déformation. Pour une fraction de solide de 0.9, ce coefficient a été déterminé et vaut $m = 0.3$. D'autres essais sur des alliages Al-15pds.%Cu, Al-12pds.%Cu, et Al-8pds.%Cu ont été effectués pour une vitesse de déformation axiale de $\dot{\epsilon}_z = 10^{-3} s^{-1}$. La figure 1.24 montre l'évolution de la contrainte axiale en fonction de la fraction de solide. A même température, les fractions de solide initiales ne sont pas les mêmes.

Ces courbes montrent que la contrainte observée en compression drainée dépend à la fois de la fraction de solide, de la déformation accumulée et de la morphologie du squelette solide. De plus il a été observé une inhomogénéité de densification au sein des échantillons et une globularisation de la microstructure. Les essais de Giraud [Giraud, 2010] sont similaires et ont été réalisés sur un alliage 6061 à des vitesses de traverse de $15 \cdot 10^{-3}$ et $8 \cdot 10^{-3} mm.s^{-1}$ et à différentes fractions de solide. Ils ont permis de mettre en évidence que l'état semi solide présente un comportement viscoplastique, que la morphologie du squelette solide influence l'évolution de la contrainte, et que la déformation accumulée modifie la microstructure de la zone pâteuse. Ces essais de compression drainée permettent de déterminer le comportement rhéologique du matériau semi solide à fortes fractions de solide. L'inconvénient majeur est qu'il reste toujours du liquide au sein du squelette solide et qu'en toute fin d'essai du solide est expulsé à travers les filtres.

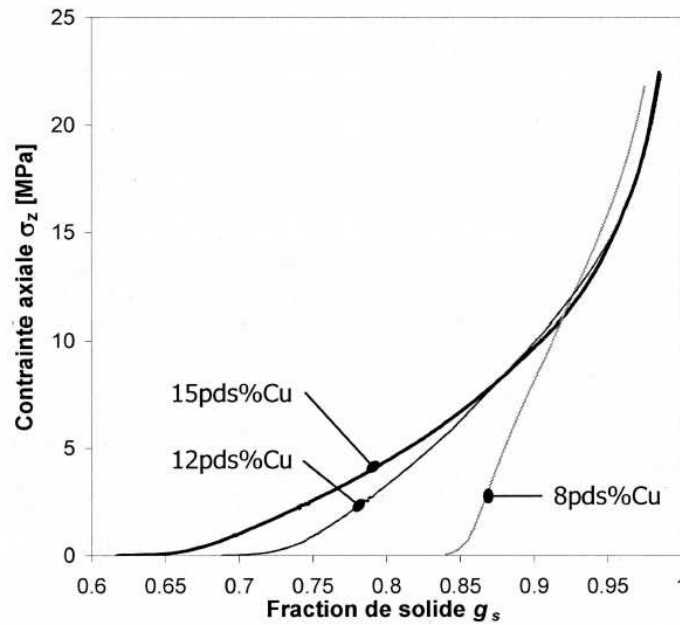


Figure 1.24 – Compression drainée d'alliages Al-Cu partiellement solidifiés à $T = 555\text{ }^{\circ}\text{C}$ et à $\dot{\epsilon}_z = 10^{-3}\text{ s}^{-1}$

1.4.1.3 Essais de traction - structure de solidification

Pour un essai de traction, le passage du matériau à l'état liquide nécessite de prévoir un moule qui empêchera la phase liquide de s'écouler afin d'avoir un échantillon de géométrie connue lors de l'essai. Il existe deux options de montage : soit le liquide vient englober des mors et dans ce cas toute l'éprouvette est à l'état semi solide pendant l'essai [Eskin, 2004], soit on chauffe uniquement une zone définie de l'éprouvette et dans ce cas, un moule adapté à l'échantillon est utilisé, comme le montre la figure 1.25 [Ludwig et al., 2005, Giraud, 2010]. La figure 1.25(b) met en évidence le fait que la contrainte au pic, déterminée sur la courbe contrainte-déformation (exemple sur la figure 1.6), augmente lorsque la fraction de solide augmente. A une fraction de solide de 0.97, la courbe présente une transition : la contrainte augmente plus rapidement pour les fractions de solide plus élevées. Cette transition est due à une évolution microstructurale liée à un changement de la répartition du liquide en fonction de la fraction de solide.

1.4.1.4 Essais de cisaillement - structure de solidification

Giraud et Ludwig [Giraud, 2010, Ludwig et al., 2002, 2005, Ludwig, 2004] ont utilisé un dispositif de cisaillement à l'état semi solide composé d'un cylindre fileté et d'un tube taraudé servant de creuset une fois monté sur la machine d'essai (figure 1.26(a)). L'étanchéité entre le socle et le cylindre creux est assurée par un joint en laine réfractaire afin d'éviter une éventuelle dépression lors du déplacement du cylindre si de l'alliage liquide est présent.

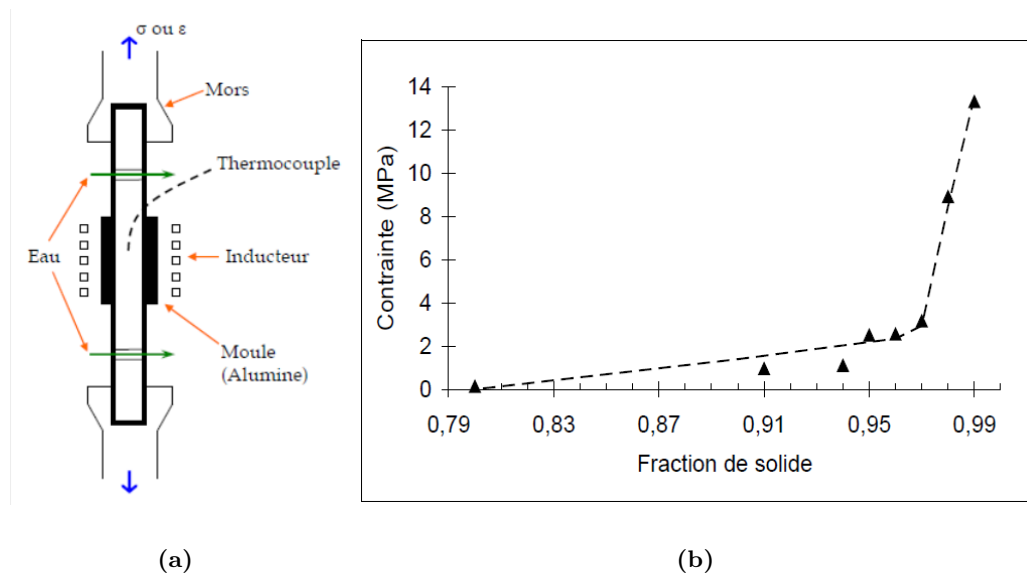


Figure 1.25 – Variation de la contrainte maximale en fonction de la fraction de solide pour l'alliage 6061 déformé en solidification avec une vitesse de déplacement de 0.1 mm.s^{-1}

Malgré quelques effets de bord, la sollicitation est très proche du cisaillement pur [Ludwig, 2004]. Les mors de cisaillement sont en acier réfractaire et recouverts d'une couche protectrice afin d'éviter toute attaque de l'acier par l'aluminium liquide. L'ensemble est chauffé par un four à lampes pour que l'échantillon passe à l'état liquide. La température est lue sur trois thermocouples répartis respectivement dans le cylindre extérieur, dans le socle, et dans l'alliage. La température est toujours maintenue un certain temps afin qu'elle soit uniforme dans le dispositif. Le cylindre fileté est ensuite poussé au fond du tube borgne taraudé. Le liquide est chassé du fond du creuset et vient remplir l'espace entre les deux surfaces filetées, puis le tout est refroidi jusqu'à la température d'essai. La figure 1.26(b) décrit la procédure suivie. La reproductibilité du test est satisfaisante.

Les résultats obtenus avec cet essai (figure 1.27) sont liés à ceux que l'on obtiendrait avec des essais de traction en solidification partielle. En effet, le comportement rhéologique du matériau a une sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation identique à celui que l'on peut trouver lors d'un essai de traction, et réagit de la même manière quelle que soit la fraction de solide lors de l'essai. Les niveaux de contrainte augmentent jusqu'à un palier viscoplastique pour une déformation d'environ 20%. Plus la fraction de solide est élevée, plus le niveau de contrainte final est élevé. Les différences majeures entre l'essai en cisaillement et celui en traction sont dans le fait que les déformations sont plus élevées lors de l'essai de cisaillement. Ceci est dû à l'absence de concentration des contraintes et au caractère purement déviatoire de la sollicitation [Giraud, 2010].

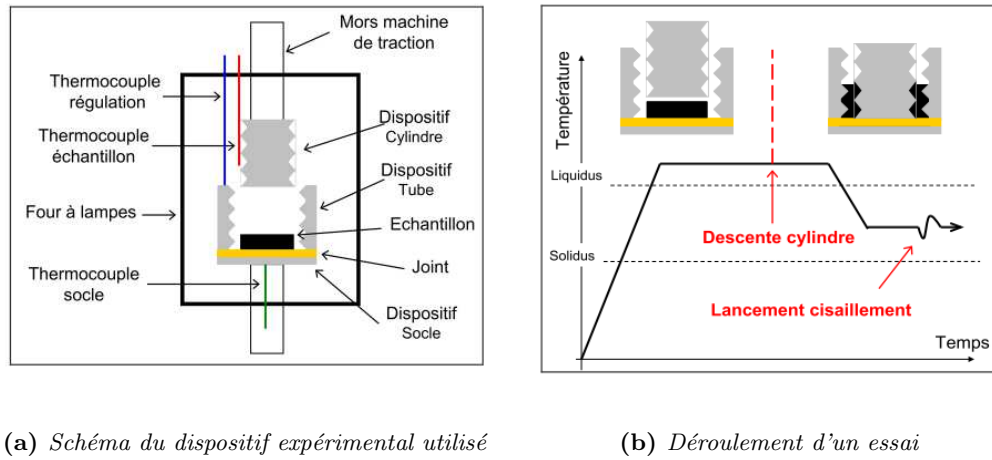
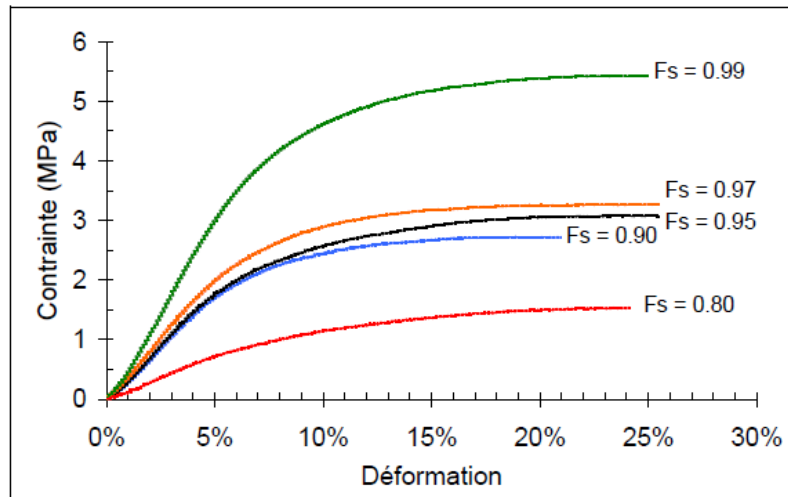


Figure 1.26 – Cisaillement à l'état semi solide [Giraud, 2010]

Figure 1.27 – Variation de la contrainte de Von Mises avec la déformation lors des essais de cisaillement réalisés sur l'alliage 6061 à différentes fractions de solide et avec une vitesse de déplacement de 0.006 mm.s^{-1}

1.4.1.5 Mesures de perméabilité

La mesure de la perméabilité d'un matériau donne des informations sur la vitesse d'écoulement d'un liquide au sein d'une matrice poreuse en fonction de la pression appliquée pour mettre ce fluide en mouvement. Nielsen et al. [Nielsen et al., 1999] ont effectué des mesures de perméabilité pour des fortes fractions de solide (0.68 à 0.91) sur des alliages Al-Cu à l'état semi solide, présentant des teneurs en cuivre allant de 6.2 à 15.8wt.%. Différents montages expérimentaux peuvent être utilisés pour réaliser ces mesures. La figure 1.28 en montre un exemple. L'état semi solide est atteint en refusion. L'échantillon

placé dans un tube en U est à l'état pâteux et est en contact avec un flux chimiquement neutre qui prendra la place du liquide initial dans la structure, sans causer d'altération de composition. Ce flux est couvert par une couche de sel fondu sur laquelle est appliquée une pression par un gaz inerte. L'exudat est recueilli dans la seconde partie du tube et un flotteur se déplace en fonction du volume de liquide expulsé. La vitesse globale du fluide ainsi que la pression nécessaire à sa mise en mouvement sont donc mesurées.

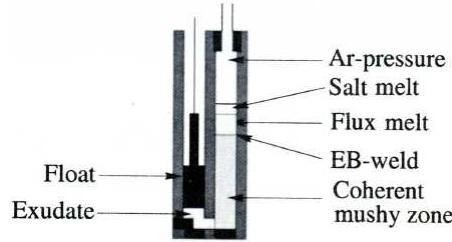


Figure 1.28 – Montage expérimental utilisé pour déterminer la perméabilité d'un milieu sans déplacer la phase solide par rapport au perméamètre [Nielsen & Arnberg, 2000]

La figure 1.29 montre que les mesures expérimentales sont en accord avec la loi de Kozeny-Carman définie par l'équation 1.6 dans laquelle g_s est la fraction volumique de solide et S_v est la surface spécifique de contact solide-liquide par unité de volume.

$$K = \frac{(1 - g_s)^3}{5S_v^2} \quad (1.6)$$

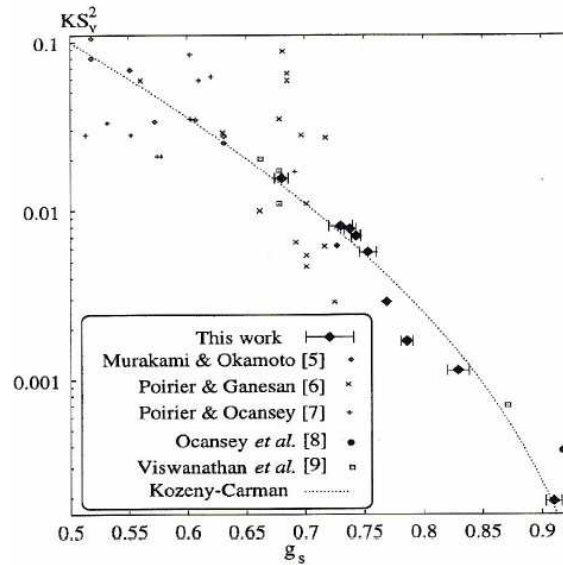


Figure 1.29 – Perméabilité sans dimension en fonction de la fraction massique de solide, le lecteur pourra se reporter à la référence [Nielsen et al., 1999] afin d'avoir les articles cités sur le graphe

La mesure de la perméabilité d'un milieu pâteux est délicate, notamment à fortes fractions de solide. En effet, au delà d'une fraction de solide de 0.85, la mesure peut se faire soit en imposant un fort gradient de pression, auquel cas le squelette solide ne peut plus être considéré indéformable, soit en imposant un gradient de pression faible mais dans ce cas la microstructure a le temps d'évoluer pendant la mesure.

1.4.2 Essais en conditions anisothermes

Les essais mécaniques en conditions anisothermes imposent de pouvoir contrôler le refroidissement de l'échantillon afin d'avoir un suivi de la fraction de solide et donc de la microstructure au cours de l'essai. Il existe également dans ce cas deux moyens d'atteindre la température d'essai, illustrés sur le figure 1.30.

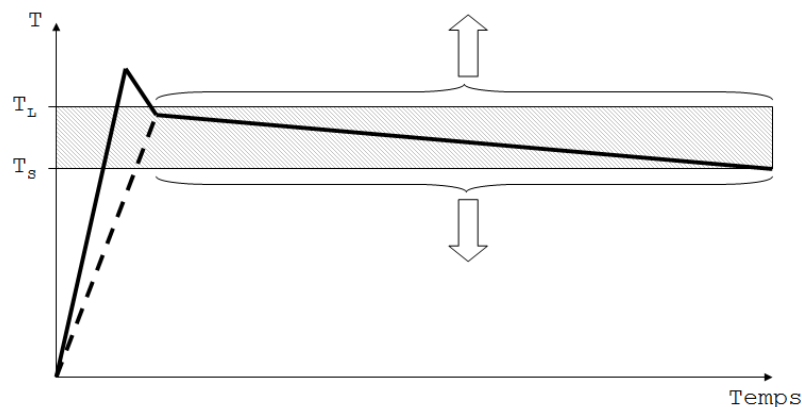


Figure 1.30 – Conditions anisothermes : la structure de départ peut être obtenue en solidification (trait plein), ou en refusion (pointillés)

1.4.2.1 Essais de traction - structure obtenue par solidification

Il s'agit du même montage que pour l'essai de traction isotherme en cours de solidification, toutefois le protocole diffère. En effet il s'agit ici d'imposer une vitesse de refroidissement à l'échantillon afin d'augmenter la fraction de solide au cours du temps. Ceci permet de se rapprocher des conditions usuelles de solidification et d'accélérer le processus de fissuration à chaud. Giraud a également réalisé des essais de ce type. La figure 1.31 montre le principe de la traction anisotherme à l'état semi solide.

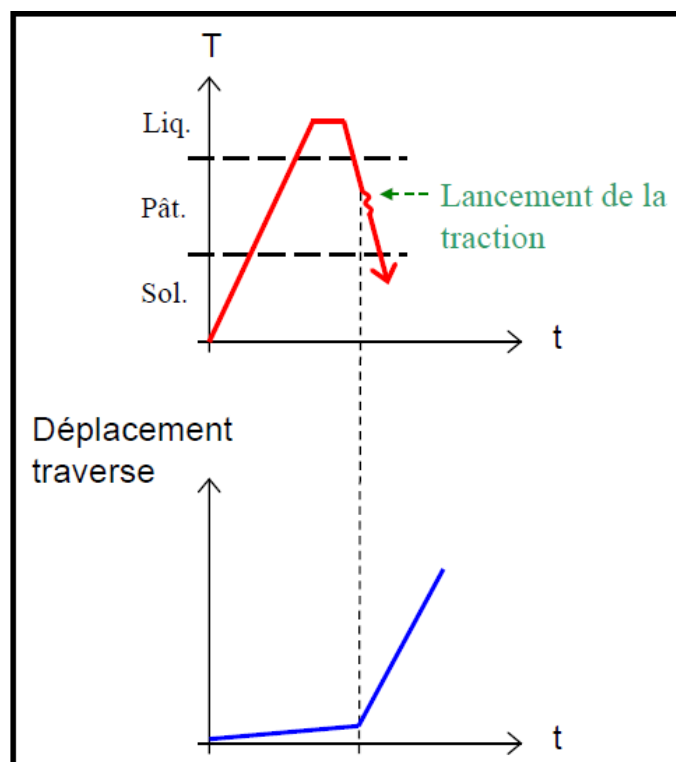


Figure 1.31 – Illustration du principe de la traction anisotherme [Giraud, 2010]

Ce type d'essai donne des courbes de contrainte similaires à celles obtenues en conditions isothermes, sur lesquelles sont relevées les contraintes au pics et les positions de ceux-ci, comme le montre la figure 1.32.

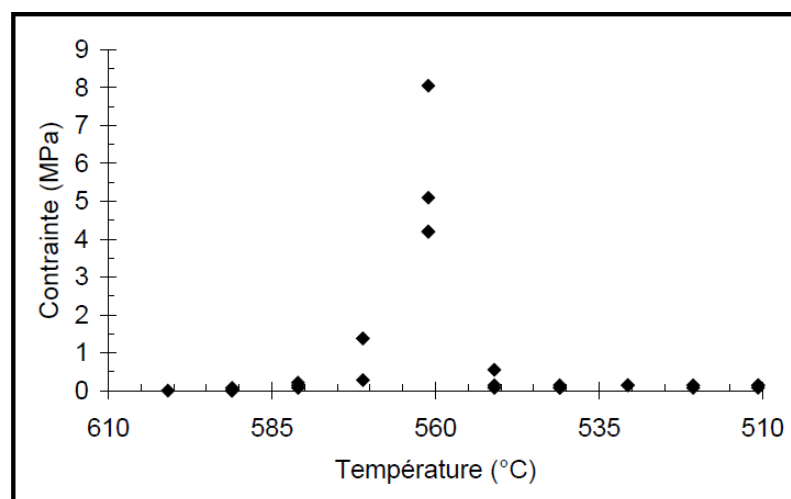


Figure 1.32 – Variation de la contrainte de Von Mises en fonction de la température lors d'une traction anisotherme réalisée sur une éprouvette de 6061 avec une vitesse de déplacement de 1 mm.s^{-1} . La fraction de solide initiale est de 0.88 et la vitesse de refroidissement de 80 K.s^{-1}

D'autre part, Giraud a également montré que le déplacement au pic est une constante à fortes vitesses de déplacement de la traverse, montrant l'indépendance de la rupture par rapport à cette grandeur. Ce résultat est visible sur la figure 1.33 présentant l'évolution du déplacement au pic en fonction de la vitesse de déplacement pour l'alliage 6061 déformé à partir d'une fraction de solide initiale de 0.8 pour deux vitesses de refroidissement différentes.

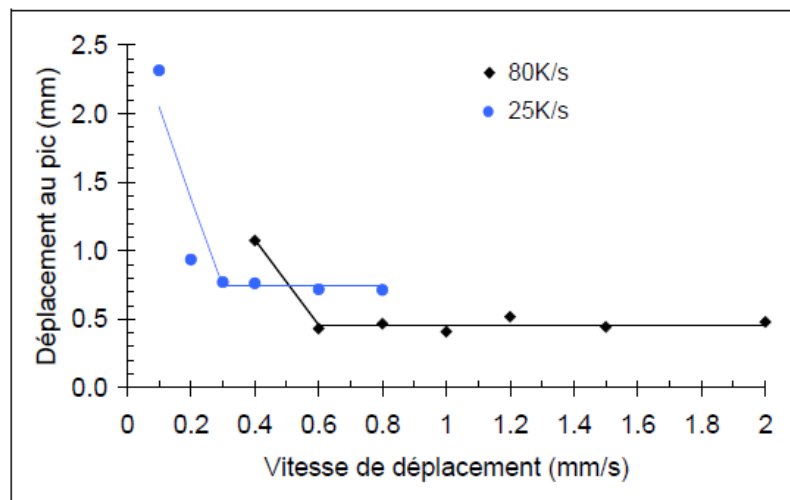


Figure 1.33 – Variation du déplacement au pic en fonction de la vitesse de déplacement pour l'alliage 6061 déformé à partir d'une fraction de solide initiale de 0.8 pour deux vitesses de refroidissement différentes

Giraud a ainsi pu mettre en évidence le fait que le comportement en traction anisotherme varie beaucoup en fonction de la vitesse de déformation imposée et de la fraction de solide initiale. Toutefois, si la fraction de solide est supérieure à 0.97, la rupture n'est contrôlée que par la déformation de films de liquide et ne dépend ni de la vitesse de déformation, ni de la fraction de solide initiale. La fissuration ne dépend alors que d'un déplacement maximal constant.

Il existe également des essais de solidification contrariée qui se rapprochent de ce type d'essais, sauf que dans ce cas seules les déformations dues au retrait de solidification et à la contraction thermique sont appliquées. Bien que le principe soit semblable à un essai du type os de chien, la solidification contrariée peut être très instrumentée afin de quantifier les déformations et les efforts dans l'éprouvette, bien plus que noter qualitativement l'apparition de fissures. Un exemple de dispositif est montré figure 1.34.

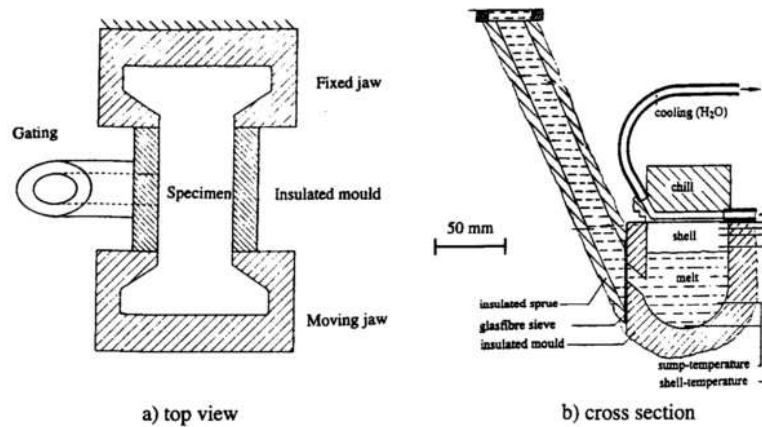


Figure 1.34 – Dispositif de solidification contrariée [Magnin et al., 1996]

1.4.2.2 Essais de cisaillement - structure obtenue par solidification

L'essai de cisaillement en solidification peut être réalisé avec le même montage que l'essai isotherme décrit sur la figure 1.26(a), comme l'a notamment fait Giraud [Giraud, 2010]. La fraction volumique de liquide initiale imposée pour cet essai est de $f_l = 0.8$. La figure 1.35 montre la variation de la contrainte de Von Mises en fonction de la fraction de solide pour l'alliage 6061 déformé avec une vitesse de 1.10^{-3} s^{-1} . La contrainte augmente lorsque la fraction de solide augmente mais en suivant des cinétiques qui dépendent de l'intervalle de fractions de solide concerné. Elle augmente lentement jusqu'à une fraction de solide de 0.9 puis plus rapidement. A une fraction de solide avoisinant 0.96, l'augmentation de la contrainte s'infléchit conduisant à une contrainte de 3.4 MPa lorsque le matériau est solide, ce qui est relativement faible. Cette inflexion s'explique par l'endommagement du matériau causé par l'accumulation de déformation depuis le début de l'essai.

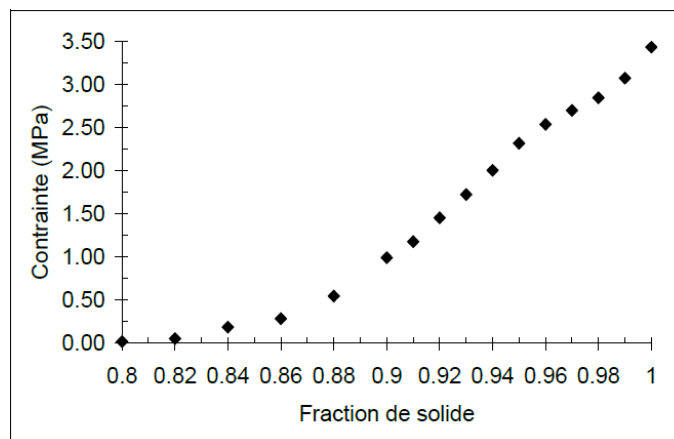


Figure 1.35 – Variation de la contrainte en fonction de la fraction de solide pour l'alliage 6061 déformé en cisaillement à partir d'une fraction de solide initiale de 0.8 et avec une vitesse de déformation de 1.10^{-3} s^{-1}

Bilan

La caractérisation mécanique des matériaux peut donc être étudiée au moyen de divers essais de traction, de compression ou encore de cisaillement, en conditions isothermes ou sur un matériau en cours de solidification. Ces essais permettent d'obtenir des modèles rhéologiques très utiles si l'on souhaite modéliser la déformation d'un milieu semi solide. D'autre part, des essais de perméabilité peuvent être réalisés afin d'apporter des informations à l'échelle macroscopique sur les écoulements de fluide au sein du matériau poreux considéré.

1.5 Modélisation du comportement en déformation à l'état semi solide

La modélisation du comportement en déformation d'un matériau à l'état semi solide nécessite de prendre en compte plusieurs de ses caractéristiques mécaniques et morphologiques. Premièrement, les mesures de perméabilité permettent la modélisation des écoulements du liquide au sein d'une matrice solide poreuse. D'autre part, les différentes données rhéologiques issues des essais présentés précédemment peuvent permettre la validation des modèles afin d'effectuer des simulations numériques de la déformation d'un milieu pâteux qui prennent en compte sa rhéologie. Enfin, les essais et critères de criquabilité permettent la prise en compte de l'endommagement lors de la déformation.

1.5.1 Modélisation de l'écoulement du liquide (perméabilité)

Les études de perméabilité permettent d'obtenir des informations globales ou locales sur les écoulements de liquide au sein d'une structure semi solide. En 2005, Bernard et al. [Bernard et al., 2005] ont réalisé des calculs de perméabilité sur des microstructures réelles d'alliages Al-10pds.%Cu, Al-13.1pds.%Cu, et Al-15.8pds.%Cu imagées par microtomographie. Ces alliages ont été chauffés à l'état semi solide puis trempés afin de conserver la microstructure. Les traitements d'images ont ensuite permis d'isoler ce qui était le liquide au sein du volume observé. Le calcul de perméabilité se fait dans ce cas au moyen de la loi de Darcy (équation 1.7). Les auteurs montrent qu'il y a un accord satisfaisant entre l'expérience et la loi de Kozeny-Carman (figure 1.36) à fortes fractions de solide ($f_s \leq 0.7$). Le faible écart entre modèle et expérience est dû au fait que tout le liquide ne participe pas à l'écoulement dans une structure réelle. Certains canaux sont borgnes et il existe aussi des poches de liquide fermées. De plus les grains maillés sont des polyèdres et sont généralement séparés par un film de liquide, alors que le modèle de Kozeny-Carman considère un empilement compact de grains sphériques. Cet accord entre modèle et réalité

a par ailleurs été démontrée par Salvo et al. [Salvo et al., 2010] sur des microstructures réelles obtenues au moyen de la microtomographie *in situ* appliquée à la solidification d'un alliage Al-4pds.%Cu. Les calculs de perméabilité réalisés sur la structure réelle ont été extrapolés par une simulation numérique, présentant une correspondance avec la loi de Kozeny-Carman.

$$\vec{u} = -\frac{k}{\eta}(\vec{\nabla}p - \rho\vec{g}) \quad (1.7)$$

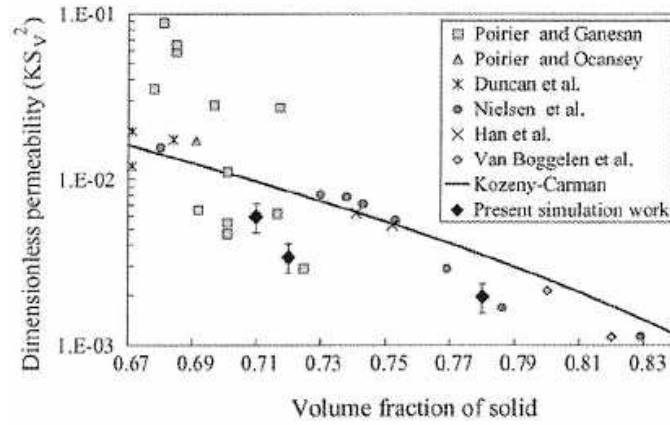


Figure 1.36 – Comparaison des valeurs obtenues avec la loi de Darcy et la relation de Kozeny-Carman à différentes fractions de solide

$$\eta \triangle \vec{v} = g\vec{r}adp - \rho\vec{f} \quad (1.8)$$

Permeability values from present study as compared to other numerical models and to the experimental data

Sample	f_s	Source	S_V (m ²)	K_{iz} ($\times 10^{-12}$ m ²)	K_n ($\times 10^{-12}$ m ²)
Al-12 wt.% Cu	0.742	Present study	34,387	3.1	1.21
		Blake-Kozeny		3.16	0.97
		Poirier et al.		3	0.55
Al-12 wt.% Cu	0.768	Present study	31,432	2.72	0.51
		Blake-Kozeny		2.83	0.69
		Poirier et al.		2.43	0.38
Al-13.1 wt.% Cu (Equiaxed)	0.71	Bernard-Nielsen	52,000	2.2	
	0.738	Nielsen-Amberg	63,956	1.9	

Figure 1.37 – Valeurs de perméabilité calculées par Fuloria [Fuloria et al., 2008] comparées à d'autres études menées sur le sujet

Une étude similaire a été menée par Fuloria et al. [Fuloria et al., 2008] qui ont réalisé des calculs de perméabilité sur une microstructure réelle d'un alliage Al-12pds.%Cu solidifié selon une seule direction. Les images ont été acquises en utilisant un tomographe de laboratoire. Les calculs de perméabilité ont été réalisés en utilisant l'équation de Stokes

(équation 1.8) dans un domaine 3D interdendritique. Les cas de figures étudiés sont des écoulements perpendiculaires ou parallèles aux bras de dendrites primaires, pour des fractions de solide $f_s \in [0.71, 0.742]$. Le tableau 1.37 présente un récapitulatif des valeurs obtenues au moyen des différents modèles numériques vus précédemment. Les résultats sont en accord avec la relation de Blake-Kozeny et les expériences menées par Poirier [Poirier, 1987].

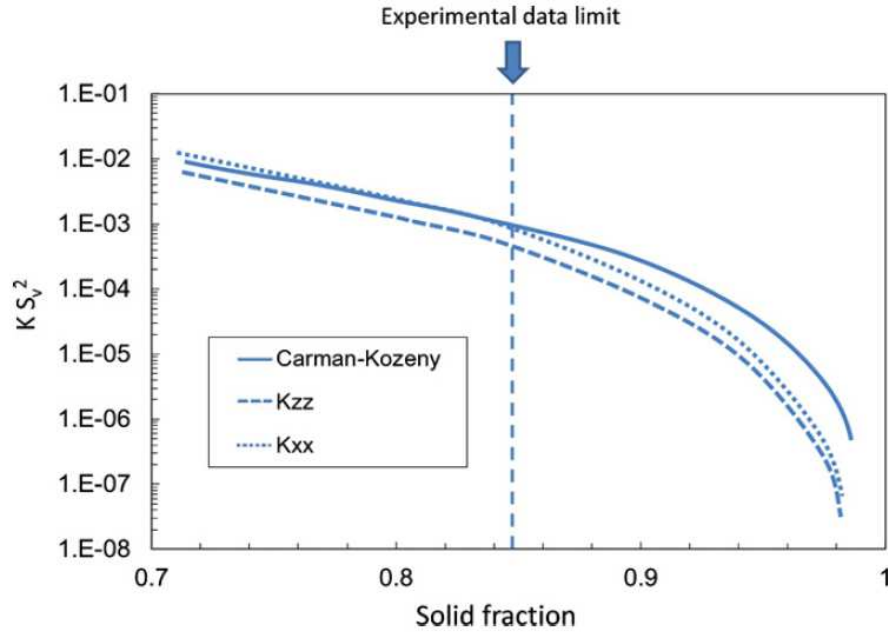


Figure 1.38 – Perméabilité normalisée en fonction de la fraction de solide : modèle analytique et calculs basés sur des volumes de microtomographie [Salvo et al., 2010]

Récemment, Sun et al. [Sun et al., 2010] ont modélisé la déformation d'une structure semi solide générée numériquement. Les valeurs de pressions résultant de cette déformation sont de l'ordre de 100 kPa, et le gradient de pression résultant est très majoritairement orienté selon la direction de traction. Un calcul de perméabilité globale a également été réalisé et les valeurs mettent en évidence un écart avec la loi de Kozeny-Carman à partir d'une fraction de solide de 0.85 (figure 1.39). Le fait que les grains aient des arêtes arrondies (effet de Gibbs-Thomson) diminue la perméabilité de la structure simulée. D'autre part, la prise en compte d'un contact entre certains grains (grain clustering) augmente d'autant plus l'écart avec le modèle de Kozeny Carman à fortes fractions de solide. Ce contact entre grain implique la transmission d'efforts dans le squelette solide si la fraction de solide est supérieure à celle de coalescence. Le comportement du matériau semi solide a été modélisé en prenant en compte ce paramètre, comme nous allons le décrire dans la section suivante.

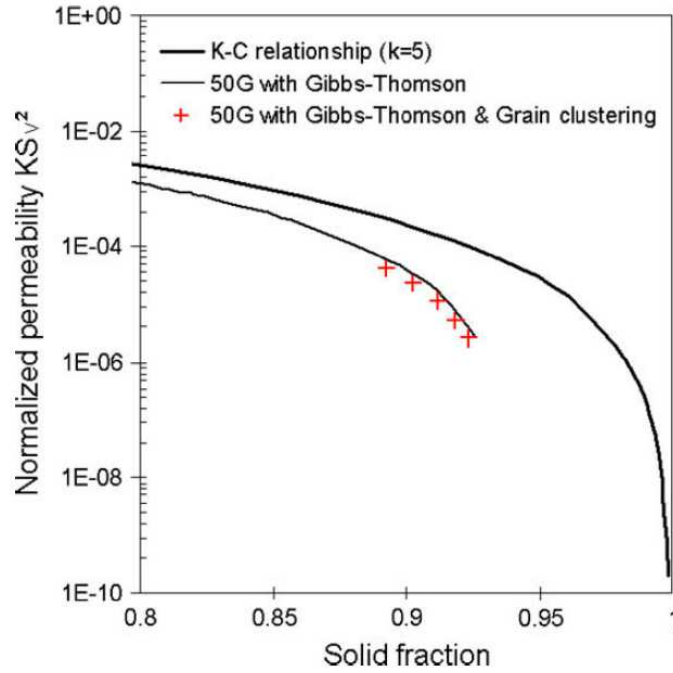


Figure 1.39 – Effet de la prise en compte du contact intergranulaire sur la perméabilité normalisée. La structure est constituée de 50 grains en 2D

1.5.2 Modélisation scalaire du comportement

Les modèles scalaires sont des lois de comportement du solide classique qui ont été modifiées pour prendre en compte les variations de fraction de solide dans le matériau, et relient ainsi la contrainte à la vitesse de déformation et éventuellement à la déformation en fonction de la fraction de solide, comme le décrit l'équation 1.9. Ces modèles ne prennent pas en compte l'endommagement du matériau.

$$\dot{\epsilon} = K(f_s)\sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.9)$$

Où $\dot{\epsilon}$ est la vitesse de déformation, σ la contrainte, n le coefficient de sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte, Q une énergie d'activation, R la constante des gaz parfaits et T la température. K est une fonction faisant intervenir la fraction de solide.

Drezet et Eggeler [Drezet & Eggeler, 1979] ont proposé un exemple de fonction pour K . Cette fonction a été définie en prenant comme hypothèse que seule la phase solide transmet les efforts dans un milieu semi solide. Ainsi l'équation 1.9 peut s'écrire :

$$\dot{\epsilon} = A\left(\frac{\sigma}{f_s(T)}\right)^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.10)$$

Avec A une constante et f_s la fraction de solide à la température donnée.

Un autre modèle, prenant en compte la fraction de joints de grains mouillés par le

liquide a été proposé par Van Haaften [Van Haaften et al., 2002]. Cette loi illustre le fait que la contrainte n'est transmise que par des ponts solides existants dans le milieu pâteux. Ce modèle peut s'écrire selon l'équation 1.11 :

$$\dot{\epsilon} = A \left(\frac{\sigma}{1 - f_{LGB}} \right)^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.11)$$

1.5.3 Modélisation tensorielle du comportement

Les modèles tensoriels prennent en compte des contraintes hydrostatiques et déviatoriques. Ces modèles sont basés sur les lois de comportement du solide, et sont donc dédiés à l'étude d'un milieu pâteux à forte fraction de solide. Ce type de modèles traduit l'effet du liquide sur le squelette solide par un terme de pression hydrostatique. Un élément de volume du matériau semi solide est considéré comme un solide saturé en liquide analogue à une éponge. Nous prendrons pour cette section le modèle de Nguyen, Favier et Suéry (NFS) [Nguyen & Suéry, 1999] comme base de comparaison par rapport aux modèles suivants.

Contraintes effectives sur le squelette solide

Ce modèle basé sur l'approche adoptée en mécanique des sols décrit le comportement rhéologique isotherme d'un solide saturé en liquide. La contrainte macroscopique appliquée au matériau est scindée en une somme de deux termes : la contrainte partielle sur le solide et celle sur le liquide.

Cette somme de tenseurs s'écrit :

$$\sigma = g_s \sigma_s + g_l \sigma_l \quad (1.12)$$

Où g_s est la fraction volumique de solide, g_l la fraction volumique de liquide, σ_s le tenseur des contraintes dans le solide et σ_l le tenseur des contraintes au sein du liquide. Le milieu pâteux étant supposé saturé en liquide, on a $g_s + g_l = 1$. Le liquide exerçant une pression supposée hydrostatique, le tenseur des contraintes du liquide peut s'écrire :

$$\sigma_l = -p_l \mathbb{1} \quad (1.13)$$

avec p_l la pression de liquide interdendritique et $\mathbb{1}$ le tenseur identité. Ainsi l'on obtient :

$$g_s \sigma_s = \sigma + (1 - g_s) p_l \mathbb{1} \quad (1.14)$$

Le tenseur des contraintes de la phase solide σ_s se définit par l'équation 1.15 dans l'hypothèse adoptée en mécanique des sols où la compressibilité de la phase solide dense

est négligeable devant celle de la phase solide poreuse.

$$\hat{\sigma}_s = \sigma + p_l \mathbb{1} \quad (1.15)$$

Potentiel viscoplastique et contrainte équivalente

Le tenseur des vitesses de déformation est une somme d'un terme élastique et d'un terme plastique. Un potentiel viscoplastique Ω est défini comme une fonction de la température T , de la fraction de solide g_s , et du tenseur des contraintes effectives $\hat{\sigma}_s$ tel que :

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{\partial \Omega}{\partial \hat{\sigma}_s} \quad (1.16)$$

Une fois que Ω a été totalement déterminé, la loi de comportement reliant $\dot{\epsilon}_s$ et $\hat{\sigma}_s$ est définie. Le principe du modèle NFS est de déterminer l'expression et la valeur d'une contrainte équivalente scalaire. Cette contrainte est prise comme étant celle calculée par Abouaf [Abouaf & J.L., 1986] :

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{A_1}{3} \vec{\sigma}_s^2 + 9B_1 \vec{P}_s^2} \quad (1.17)$$

Où A_1 et B_1 sont des fonctions de la fraction de solide à déterminer par des essais mécaniques à l'état semi solide. P_s est la pression exercée sur le solide.

La relation entre la contrainte et la vitesse de déformation équivalente est la même que pour la phase solide dense, supposée purement viscoplastique. Le comportement du matériau peut alors s'écrire comme un fluage par loi puissance :

$$\dot{\epsilon}_{eq} = A \left(\frac{\sigma_{eq}}{S_0} \right)^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.18)$$

R est la constante des gaz parfaits, T la température; A et S_0 sont des constantes, Q l'énergie d'activation, n le coefficient de sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte. Ces trois derniers paramètres caractérisent le comportement de la phase solide dense. En utilisant toutes ces équation, on obtient une expression du potentiel viscoplastique et du tenseur des vitesses de déformation plastique en fonction du tenseur des contraintes effectives sur le solide :

$$\Omega = \frac{1}{n+1} \left[\frac{A}{S_0^n} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \right] \sigma_{eq}^{n+1} \quad (1.19)$$

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{A}{S_0^n} \sigma_{eq}^{n-1} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \left[\frac{A_1}{2} \hat{\sigma}_s + \frac{6B_1 - A_1}{6} \text{tr}(\hat{\sigma}_s) \mathbb{I} \right] \quad (1.20)$$

Une limite de ce modèle est le fait qu'il n'y a pas de distinction entre le comportement en traction et celui en compression à cause de la parité de la fonction $\hat{\sigma}_{eq}$ (voir équation

1.17). Il existe plusieurs autres modèles tensoriels, tels que le modèles Martin, Favier, Suéry (MFS) [Martin et al., 1997a,b, Ludwig, 2004] dans lequel l'asymétrie du comportement du milieu semi solide est prise en compte. Zavaliangos [Zavaliangos & Anand, 1993, Zavaliangos, 1998] a proposé un modèle de déformation de solide poreux "sec" en écrivant directement le potentiel d'écoulement viscoplastique Ω sans passer par l'expression d'une contrainte équivalente. De plus, contrairement au modèles précédemment cités pour lesquels la contrainte est une fonction de la fraction volumique de liquide, celui-ci introduit une dépendance de la contrainte par rapport à un facteur de cohésion du solide.

Dans ce cas le potentiel d'écoulement Ω_0 décrivant le comportement de la phase solide dense permet d'écrire l'équation suivante :

$$\Omega = \Omega_0.F(X, Fs, n) \quad (1.21)$$

Avec X la triaxialité donnée par :

$$X = \frac{\mathbb{P}_s}{\sigma_s} \quad (1.22)$$

Le facteur de concentration de contraintes F s'écrit comme suit :

$$F(X, Fs, n) = D_1 + (D_2.X^2 + D_3) \frac{n+1}{2} \quad (1.23)$$

Où D_1 , D_2 , D_3 sont des fonctions de la fraction volumique de pores.

Le modèle de Martin, Ludwig et Suéry (MLS) repose sur les mêmes notions que les précédents, et ajoute la prise en compte d'un autre effet du liquide. En considérant que la déformation peut être en partie accommodée par le liquide, une notion de cohésion du squelette solide est introduite. Lorsque le liquide est sous forme de poches, alors la cohésion est égale à 1, et lorsque le liquide se répartit aux joints de grains sous forme de films alors la cohésion décroît. Ce modèle considère donc le milieu semi solide comme étant poreux, saturé en liquide et partiellement cohésif. Un accord satisfaisant entre ce modèle et l'expérience a été trouvée [Ludwig, 2004, Ludwig et al., 2005].

1.5.4 Modélisation de la fissuration à chaud

Modèle de Lahaie et Bouchard

Lahaie et al. [Lahaie & Bouchard, 2001] ont développé un modèle géométrique permettant de suivre la déformation de l'état semi-solide soumis à un état de traction dans les derniers stades de la solidification où l'écoulement du liquide se fait difficilement (figure 1.40). La microstructure utilisée pour ce modèle est constituée d'hexagones entourés de phase liquide répartie de façon homogène. En supposant la conservation du volume considéré, un écoulement du liquide vers les films perpendiculaires à la direction de trac-

tion est mis en équation. Le modèle prend donc en compte la variation d'épaisseur des films de liquide au sein du matériau. Lorsque l'écoulement entre les grains n'est plus possible, une fissure s'amorce dans les films de liquide les plus épais puis le matériau rompt. La contrainte est exprimée en fonction de la vitesse de déformation, de la déformation, et des paramètres caractéristiques de la microstructure. Cette loi de comportement a été insérée dans un critère de fissuration reposant sur le fait qu'une épaisseur critique de film mène à la formation d'une fissure au sein du matériau. Le modèle présente certaines limitations car il suppose une microstructure homogène contenant une phase solide indéformable. Giraud [Giraud, 2010] a réalisé un modèle du même type avec des grains rectangulaires dans une structure périodique (voir ci-après). Le liquide est régi par un flux de Poiseuille, la phase solide est considérée indéformable, et le critère de fissuration est une épaisseur critique de film de liquide intergranulaire qui résulte de la fermeture des canaux liquides dans la direction de déformation. Ce modèle a été réalisé pour des conditions isothermes et anisothermes.

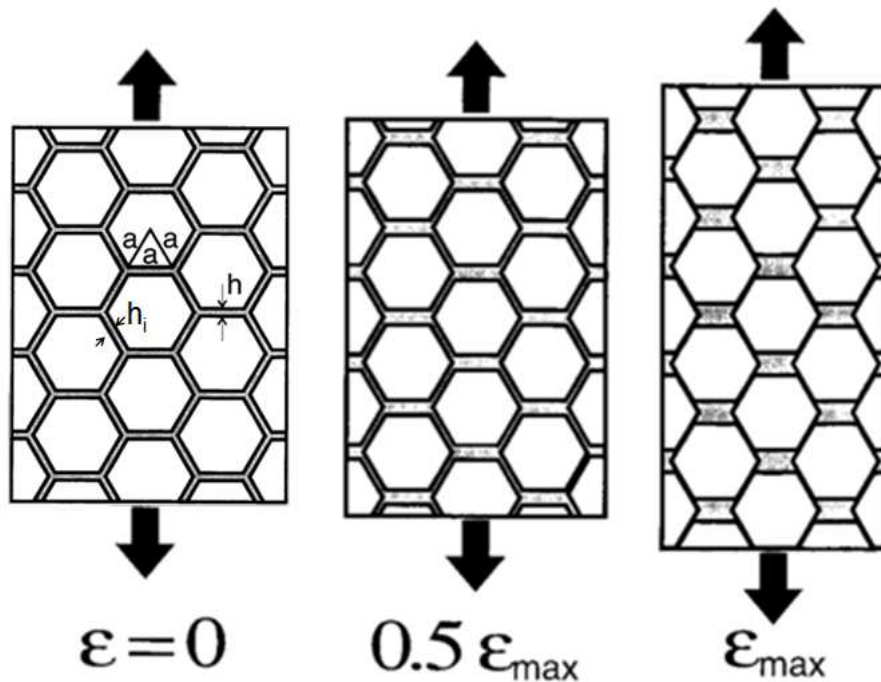


Figure 1.40 – Illustration de la géométrie utilisée par le modèle de Lahaie-Bouchard, la structure est régulière hexagonale et une déformation est imposée, le solide est indéformable

Modèle de Giraud

Le critère de Giraud [Giraud, 2010] repose sur le fait que lors de la déformation du milieu semi solide, le liquide soumis à un gradient de pression se déplace entre les grains solides supposés indéformables. La structure considérée est 2D et périodique. A l'état

initial, le liquide est réparti de manière homogène autour des grains. La déformation en traction du matériau induit un éloignement des grains dans la direction de l'effort, et un rapprochement de ces mêmes grains dans la direction perpendiculaire à la sollicitation. Les distances intergranulaires sont liées par l'équation d'égalité des surfaces de liquide (équation 1.24).

$$e_h l + e_v (L + e_h) = e_0 (L + l) \quad (1.24)$$

Où L et l sont respectivement la longueur et la largeur d'un grain (ici rectangulaire), e_h l'épaisseur des films horizontaux, e_v l'épaisseur des films verticaux, et e_0 l'épaisseur initiale des films verticaux.

Il est possible de définir une épaisseur critique correspondant à l'épaisseur verticale e_v minimale pour que l'écoulement soit possible (voir figure 1.41).

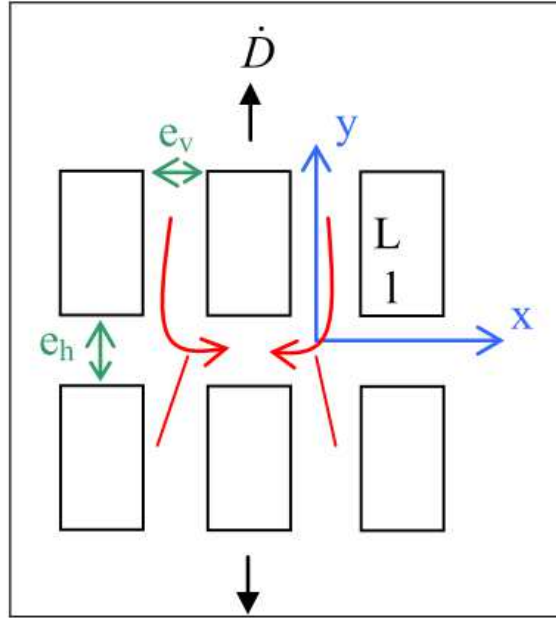


Figure 1.41 – Modèle géométrique 2D utilisé pour déterminer les expressions des différentes épaisseurs [Giraud, 2010]

Cette épaisseur critique est appelée épaisseur des films verticaux à saturation. Elle est notée e_f et est donnée par l'équation 1.25 pour des conditions isothermes et par l'équation 1.27 pour des conditions de solidification.

$$e_f = \left[\frac{4\eta_L L l \dot{D}}{(N-1)(P_M + P_C)} \right]^{1/3} \quad (1.25)$$

Où η_L est la viscosité du liquide, \dot{D} est la vitesse de déplacement, N est le nombre de grains sur la longueur déformée, P_M et P_C sont les pressions respectivement métallographique et

de cavitation.

La fraction de solide est définie par

$$F_s = \frac{f_1 - f_2 T}{1 - f_3 T} \quad (1.26)$$

Avec T la température et $f_1 = 1.0672$, $f_2 = 1.158 \cdot 10^{-3}$ et $f_3 = 1.075 \cdot 10^{-3}$.

$$e_f = \left(\frac{4\eta_L L \dot{D}}{P_M + P_C} \left(\frac{\dot{D}}{N-1} - \frac{L \dot{T} (f_3 f_1 - f_2)}{(L+l)(f_1 - f_2 \cdot T)^2} \right) \right)^{1/3} \quad (1.27)$$

Avec \dot{T} la vitesse de refroidissement.

Ce modèle a été confronté à l'expérience en conditions isothermes lors d'un essai de traction à $f_s = 0.95$ et pour une vitesse de déplacement de $0.1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ (figure 1.42(a)), ainsi que lors d'essais à différentes vitesses de déplacement et différentes fractions de solide (figure 1.42(b)).

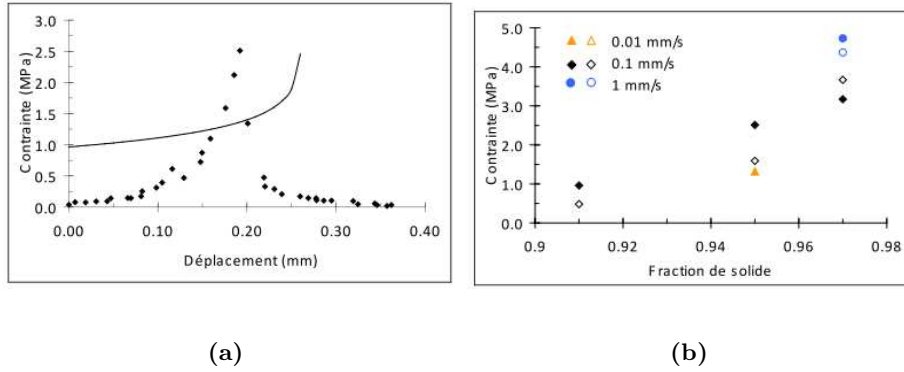


Figure 1.42 – (a) courbe contrainte-déformation pour un alliage 6061 soumis à une vitesse de déplacement de $0.1 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ à $f_s = 0.95$. La courbe pleine est celle du modèle, les points sont ceux de l'expérience. (b) Variation de la contrainte au pic pour le même alliage soumis à une traction isotherme. Les symboles pleins sont les points de l'expérience et les vides ceux du modèle

La confrontation à l'expérience a aussi été menée pour le cas anisotherme pour des essais à différentes fractions de solide et vitesses de déplacement, comme l'illustre la figure 1.43. Ce modèle rend donc compte grossièrement du comportement du milieu pâteux, ce qui est dû à sa simplicité. Il permet néanmoins de calculer la fraction de solide lors de la rupture, et d'en déduire un déplacement critique à la rupture par l'équation suivante :

$$D_{Crit} = \frac{\dot{D}}{\dot{T}} (T_0 - T_{Crit}) = \frac{\dot{D}}{\dot{T}} \left(T_0 - \frac{F s_{Rup} - f_1}{f_3 F s_{Rup} - f_2} \right) \quad (1.28)$$

Avec D_{Crit} le déplacement à rupture, \dot{D} la vitesse de déplacement, \dot{T} la vitesse de refroidissement, T_0 la température de début de traction, T_{Crit} la température à rupture, $F s_{Rup}$

la fraction de solide de rupture.

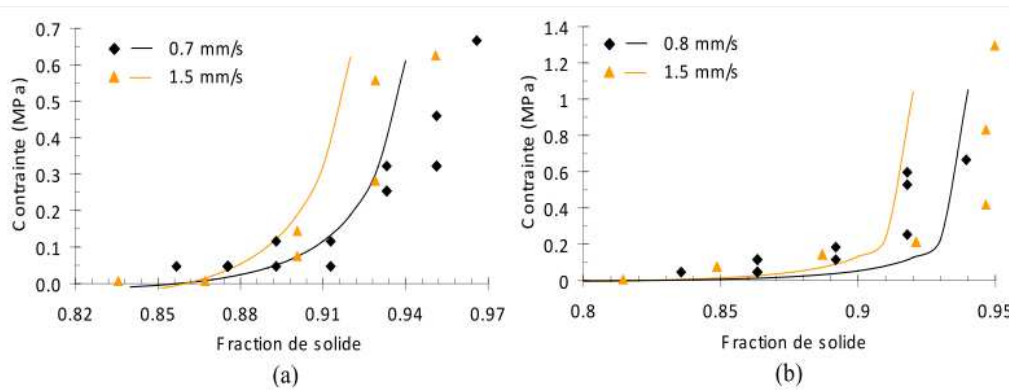


Figure 1.43 – Variation de la contrainte de Von Mises en fonction de la fraction de solide obtenue lors d'une traction anisotherme réalisée sur l'alliage 6061 pour deux fractions de solide initiales différentes : 0.84 (a), 0.80 (b) et diverses vitesses de déplacement : Données expérimentales sous forme de symboles et données issues du modèle en traits fins

Les différences de valeurs entre expérience et modélisation s'expliquent par la simplicité du modèle. En effet le fait que celui ci soit en 2D entraîne une relation linéaire sur l'épaisseur des films, ce qui ne serait pas le cas en 3D. Bien que les valeurs diffèrent, elles sont du même ordre de grandeur.

Modèle de Vernède, Jarry, Rappaz [Vernède et al., 2006]

Vernède [Vernède et al., 2006] a développé un modèle en deux dimensions permettant de suivre la solidification d'un matériau jusqu'à la cohérence. Ce modèle passe outre les limites de celui de Lahaie et Bouchard car il considère une géométrie définie par une répartition et une orientation aléatoires des grains en utilisant une structure de Voronoi. Cela permet de générer des germes répartis de manière aléatoire dans le matériau. La croissance de chaque germe est ensuite réalisée numériquement au cours de la solidification en prenant en compte les effets de microségrégation. Le coalescence des grains est aussi prise en compte suivant un critère de distance entre surfaces des grains : Si cette distance est inférieure à 1-3nm, alors le contact est établi et l'on tend vers une phase solide continue alors que la solidification se poursuit [Vernède et al., 2006, Rappaz et al., 2003]. Cette distance est celle pour laquelle les effets de la coalescence sont présents et dépend de la désorientation des grains les uns par rapport aux autres. L'écoulement du liquide est géré par un flux de Poiseuille.

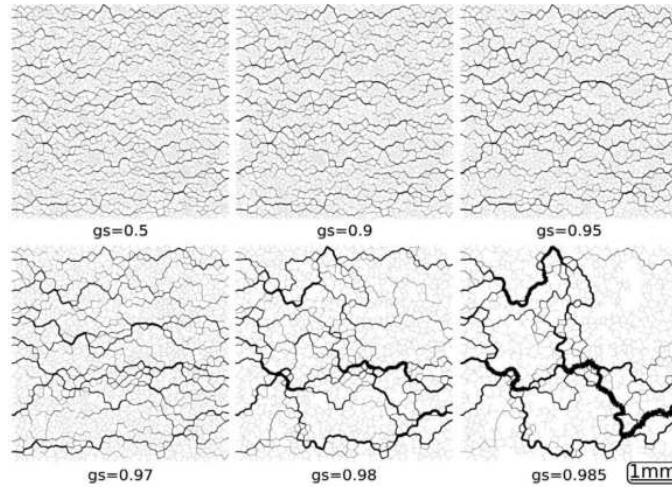


Figure 1.44 – Flux de liquide au sein d'un volume élémentaire ($5 \times 5 \text{ mm}^2$) à l'état pâteux en conditions isothermes. L'épaisseur de chaque canal est proportionnelle au flux local normalisé par le flux total

Ce modèle permet de détecter des phénomènes à l'échelle locale lors de la solidification comme les zones d'enrichissement en liquide ou la percolation des grains solides. Ce modèle a mis en évidence le fait qu'à faible fraction de solide, le flux de liquide se répartit de manière homogène dans les canaux. A plus forte fraction de solide, le flux de liquide forme des chemins préférentiels au sein du squelette solide (voir figure 1.44). La transition entre ces deux régimes peut s'expliquer par l'apparition de canaux de liquide isolés. Ce modèle a été amélioré par la suite afin de visualiser ces éléments à l'échelle mésoscopique et en faire un modèle adaptable à des milieux continus [Dantzig & Rappaz, 2009b], et a récemment été étendu à la 3D par Sistaninia [Sistaninia et al., 2011, 2012a,b]. Ce dernier modèle a été validé par les données expérimentales recueillies dans la littérature sur des alliages Al-Cu. Les résultats montrent qu'une approche combinée élément finis + éléments discrets permet de modéliser le comportement semi solide dans sa totalité à l'échelle macroscopique. De plus la localisation de la déformation dans les régions intergranulaires est prise en compte pour la première fois.

Le modèle connaît toutefois certaines limitations : il n'est valide que pour des fractions volumiques de solide comprises entre 0.9 et 1, pour des déformations et vitesses de déformation faibles. Par ailleurs le modèle n'est plus valide une fois que le premier défaut est généré. Les effets de pression et de flux de liquide dûs à la présence d'un pore ne sont pas pris en compte.

Bilan

De nombreux essais de criquabilité ont été développés pour étudier la sensibilité à la fissuration à chaud des matériaux. Parallèlement, des essais

mécaniques ont été conçus afin de déterminer le comportement rhéologique du milieu semi solide. Les données issues de ces essais ont été utilisées pour valider des modèles rhéologiques du comportement d'un matériau à l'état pâteux. Par ailleurs, des critères de fissuration à chaud ont permis de développer des modèles prenant en considération l'endommagement au cours de la déformation du matériau. Les modèles granulaires en font partie, et permettent une étude locale de la fissuration à chaud. De plus, ils sont compatibles avec l'expérience car la géométrie de départ peut être un volume de tomographie. Ces modèles tendent à prendre en considération la déformation de la phase solide, particulièrement à faible fraction de liquide. La détermination de lois de comportement du solide à chaud est donc un élément important pour l'étude de la fissuration à chaud.

1.6 Caractérisation de la phase solide à chaud

1.6.1 Généralités sur la déformation à chaud

Lorsqu'un matériau est porté à haute température (au dessus de $0.5T_{solidus}$), son comportement vis-à-vis des contraintes qui lui sont appliquées n'est pas le même qu'à basse température. Un matériau porté à une température $T_{solidus} \geq T \geq 0.5T_{solidus}$ et soumis à une contrainte subit une déformation dite par fluage. Ce mode de déformation suggère généralement des contraintes et des vitesses de déformation faibles. Il est possible de distinguer trois stades de fluage. Au stade I il s'agit du fluage primaire qui est un régime transitoire pendant lequel le matériau subit une vitesse de déformation plastique croissante. Le passage au stade II (fluage secondaire) est notable par le fait que la vitesse de déformation est constante. Enfin le stade III traduit l'endommagement et la ruine du matériau. Notons que cet endommagement n'a lieu qu'en cas d'essai de traction. Il arrive que l'on passe directement du stade I au stade III, et dans ce cas on observe un point d'inflexion sur la courbe de fluage [Kassner & Pérez-Prado, 2000, Kassner et al., 2007].

Le fluage fait intervenir plusieurs mécanismes de déformation en fonction de la vitesse de déformation et de la température. Ashby et Frost [Frost & Ashby, 1982] ont montré qu'il est possible d'établir des cartes montrant des domaines de prédominance de différents mécanismes de fluage comme l'illustre la figure 1.45(a) et 1.45(b). Notons qu'une carte de mécanismes de déformation n'est valable que pour une taille de grains et un matériau précis. Le fluage par loi puissance est contrôlé par la montée des dislocations (mécanisme thermiquement activé). Lorsque que le matériau est à basse température, le mouvement des dislocations peut être perturbé par un frottement visqueux dû à l'agitation thermique du réseau, par des précipités, par les atomes en solution solide, etc. Un apport de chaleur

permet un contournement de ces obstacles par montée des dislocations. Ce mécanisme nécessite le déplacement d'atomes au sein du réseau, ce qui ne se fait que par diffusion des défauts ponctuels [Philibert et al., 1998]. Cette diffusion étant plus lente que le glissement, celui-ci est dit contrôlé par la montée des dislocations. Dans ce type de fluage le coefficient de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation est généralement compris entre 4 et 7 et on peut écrire une loi de fluage du type [Kassner & Pérez-Prado, 2000] :

$$\dot{\epsilon} = A \left(\frac{D_{sd} G b}{k T} \right) \left(\frac{\sigma_{ss}}{G} \right)^5 \quad (1.29)$$

Avec G le module de cisaillement, k la constante de Boltzmann, T la température, la vitesse de déformation et la contrainte uniaxiale en régime établi (fluage secondaire). D_{sd} le coefficient de diffusion s'écrit :

$$D_{sd} = D_0 \exp\left(\frac{-Q_{sd}}{k T}\right) \quad (1.30)$$

Avec D_0 la constante de diffusion et Q_{sd} l'énergie d'activation du mécanisme de déformation.

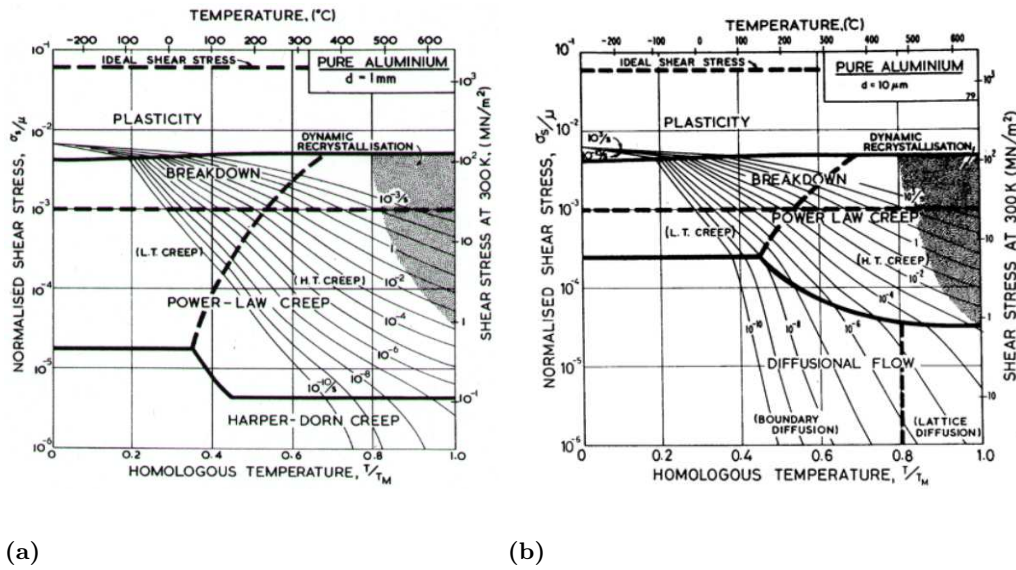


Figure 1.45 – Cartes de mécanismes de déformation (contrainte de cisaillement normalisée-température homologue) pour de l'aluminium pur avec taille de grains de (a) 1 μ m et (b) 1 mm [Frost & Ashby, 1982]

Bien que G soit choisi constant pour la plupart des études, sa valeur évolue avec la température, plus particulièrement lorsqu'on approche la température de solidus. Il est possible d'inclure cette variation dans l'équation 1.29 pour obtenir des résultats plus en accord avec l'expérience [Nadal et al., 2005, 2007, McLellan, 1987]. La figure 1.46 présente l'évolution du module d'Young de l'aluminium pur en fonction de la température. Nous

pouvons en déduire G par la relation suivante :

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad (1.31)$$

Avec ν le coefficient de poisson du matériau.

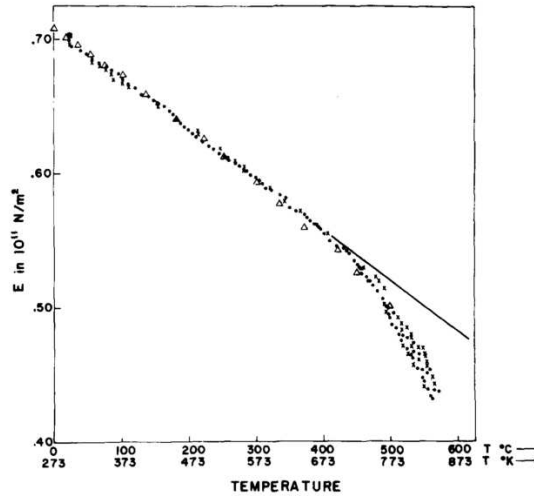


Figure 1.46 – Module d'Young d'un aluminium polycristallin en fonction de la température [McLellan, 1987]

Lorsqu'on se place dans le domaine des hautes températures ($T \geq 0.7T_s$), le phénomène de diffusion est activé et peut se faire soit aux joints de grains, soit en volume. Il nécessite des vitesses de déformation très faibles pour être prépondérant.

Afin de déterminer les lois de comportement qui régissent les déformations au sein du matériau, plusieurs essais mécaniques ont été mis au point. Différentes études ont été menées sur le fluage d'alliages d'aluminium pour différentes compositions. Les compositions intéressantes pour notre étude allant d'un Al-1pds.%Cu à un Al-5pds.%Cu, nous nous concentrerons principalement les travaux à propos d'essais sur des alliages compris dans cet intervalle de compositions ou faiblement alliés (alliage 6061).

1.6.2 Essais à l'état solide

Les essais à l'état solide permettent d'obtenir des lois de comportement décrivant la réponse d'un solide à une sollicitation imposée. Il en existe plusieurs type afin de différencier les sollicitations mécanique et ainsi en déduire différentes propriétés du matériau. Une liste non exhaustive pourrait contenir principalement les essais de compression, de traction ou encore de cisaillement.

1.6.2.1 Compression simple

Une loi de comportement du matériau à chaud peut être déterminée par compression avec sauts de vitesses de déformation. Un exemple de ce procédé a été réalisé par Braccini [Braccini, 2000] pour des vitesses de déformation allant de 10^{-4} à 10^{-2} s^{-1} et des températures comprises entre 515°C et 565°C (soit $0.89 \leq \frac{T}{T_s} \leq 0.99$). Cela permet d'extraire des valeurs de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation (à partir des sauts de vitesses de déformation (voir figure 1.47)), et d'énergie d'activation (grâce aux différentes températures d'essai).

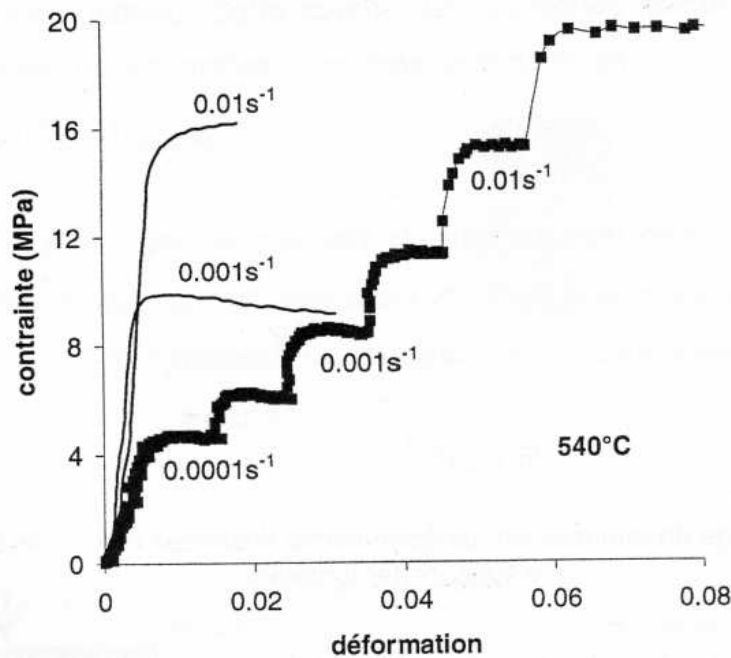


Figure 1.47 – Courbe de contrainte en fonction de la déformation lors d'un essai de compression sur un alliage Al-4.5pds.%Cu [Braccini, 2000]

1.6.2.2 Essai de traction

Les essais de traction à chaud sont largement utilisés pour caractériser le comportement des matériaux métalliques. Notamment, Mostafa et El-Sayed [Mostafa et al., 2009] ont réalisé des essais de traction sur un alliage Al-1pds.%Cu dans un intervalle de température se situant entre 280 et 400°C (soit $0.31 \leq \frac{T}{T_s} \leq 0.62$). L'alliage utilisé a été traité thermiquement de manière à obtenir des précipités θ . Un refroidissement très lent à partir de 420°C permet de parvenir à cette microstructure. Pour les températures testées, le coefficient de sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte varie de 0.2 à 0.42 lorsque la température augmente, caractérisant un mécanisme de déformation par glissement des dislocations contrôlée par leur montée. L'énergie d'activation trouvée était celle

d'un mécanisme de diffusion aux joints de grains. Des essais sur des alliages d'aluminium à 2.2 et 4.2 pds.%Cu ont aussi montré un $n = 4.6$ pour des valeurs de contraintes entre 4 et 10 MPa sur des échantillons sollicités en traction [Soliman, 1995]. Dans ce cas les échantillons étaient dans le domaine monophasé α grâce à une mise en solution *in situ* réalisée au préalable.

1.6.2.3 Essais de cisaillement

Les essais de cisaillement plan peuvent être en cisaillement simple ou double. Le nombre de plans de cisaillement détermine le type de l'essai. Un exemple de montage est montré figure 1.48. Ce type d'essai peut servir à étudier le fluage d'un matériau, comme l'a fait Soliman [Soliman, 1995] sur des alliages Al-2pds.%Cu et Al-3pds.%Cu à 540 °C. Dans cet essai l'échantillon est soumis à une contrainte de cisaillement induite par le déplacement de deux mors latéraux. Les auteurs ont calculé un coefficient de sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte de $n = 4.6$ pour des contraintes allant de 6 à 10 MPa. Ces essais peuvent servir par ailleurs à déterminer l'anisotropie d'un matériau [Chaudury & Mohamed, 1988].

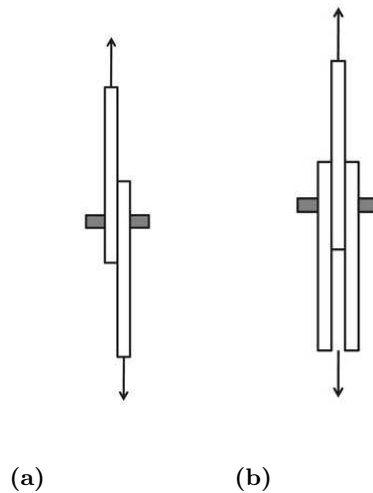


Figure 1.48 – (a) cisaillement simple, (b) cisaillement double

Chaudury et al. [Chaudury & Mohamed, 1988] ont porté leurs efforts sur un alliage Al-2pds.%Cu dans une plage de température comprise entre 510 et 570 °C (soit $0.82 \leq \frac{T}{T_s} \leq 0.92$). Les échantillons ont été mis en solution α *in situ* à 610 °C pendant 15 h afin d'avoir une taille de grains uniforme et stable. Ces échantillons ont été soumis à des essais de cisaillement double à 620, 590 et 510 °C. Ces températures restent dans le domaine monophasé α . Les auteurs obtiennent une valeur de $n = 4.5$ pour des contraintes allant de 4 à 6 MPa.

1.6.2.4 Essais de compression sur échantillons drainés

Lors d'un essai de compression drainée, l'échantillon subit ce que l'on pourrait qualifier de solidification mécanique isotherme. La faible fraction de liquide restant après la compression est solidifiée. Giraud [Giraud, 2010] a utilisé les échantillons issus d'essais de compression drainée afin de caractériser le comportement de la phase solide du matériau à l'état pâteux. Pour cela le matériau est mis en solution pour homogénéiser la composition et ainsi éliminer l'eutectique. Des échantillons sont ensuite usinés et soumis à des essais de compression simple avec sauts de vitesses. La figure 1.49 montre la variation de la contrainte en fonction de la déformation obtenue lors de ces essais. La contrainte augmente lorsque la vitesse de déplacement augmente et/ou lorsque la température diminue.

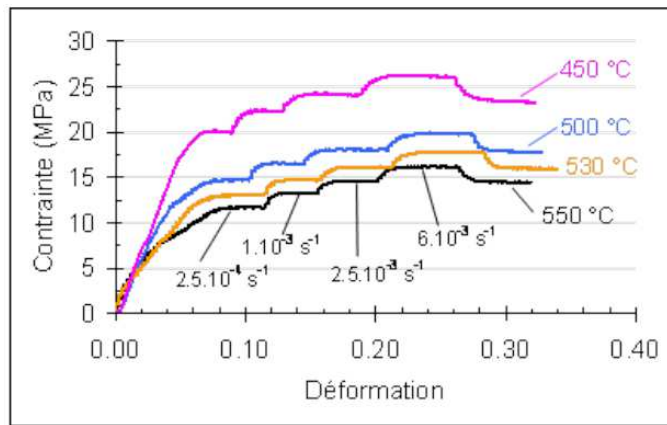


Figure 1.49 – Variation de la contrainte avec la déformation obtenue pour l'alliage 6061 déformé par compression à hautes températures [Giraud, 2010]

Une première étude a été menée en utilisant une loi de comportement classique (voir équation 1.32).

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \exp - \frac{Q}{RT} \quad (1.32)$$

Avec A une constante intrinsèque du matériau, n le coefficient de sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte, Q l'énergie d'activation, R la constante des gaz parfaits, et T la température d'essai. Les paramètres donnés par cette loi sont récapitulés dans le tableau de la figure 1.50.

n	Q ($kJ.mol^{-1}$)	A ($MPa^{-n}.s^{-1}$)
11	287	$6.4.10^2$

Figure 1.50 – Récapitulatif des valeurs des paramètres de la loi viscoplastique classique utilisée pour décrire le comportement de l'alliage 6061 à l'état solide [Giraud, 2010]

Les résultats présentés sur la figure 1.50 étant bien différents de ceux trouvés dans la littérature, une autre approche a été utilisée. Cette seconde approche consiste à utiliser

une loi de comportement décrite dans l'équation 1.33.

$$\dot{\epsilon} = \frac{AGb}{kT} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) (\sinh(\alpha\sigma))^n \quad (1.33)$$

Où A et α sont des constantes intrinsèques du matériau, b est le vecteur de Burgers, k est la constante de Boltzmann, Q est l'énergie d'activation, R est la constante des gaz parfaits, T est la température et n est le coefficient de sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte. Les valeurs trouvées pour les paramètres de la loi sont consignées dans le tableau de la figure 1.51. Dans ce cas les valeurs déterminées sont en adéquation avec la littérature.

n	Q (kJ.mol ⁻¹)	α (MPa ⁻¹)	b (m)	A (m ² .s ⁻¹)
5	142	0.055	2.86.10 ⁻¹⁰	6.10 ⁻¹⁵

Figure 1.51 – Récapitulatif des valeurs des paramètres de la loi pour alliage à phases dispersées utilisée pour décrire le comportement de l'alliage 6061 à l'état solide [Giraud, 2010]

Bilan

Les divers essais mécaniques à chaud présentés permettent l'établissement de lois de comportement du solide. Cependant peu d'études sont menées à des températures proches de celle de solidus pour les alliages concernés, ce qui ne nous permet pas de caractériser le comportement de la phase solide d'un matériau à l'état pâteux. Les essais de compression drainée sont un moyen d'obtenir une phase solide homogène à partir d'un échantillon semi solide. Cependant une partie du liquide n'est pas expulsé lors de la compression.

Comme nous l'avons vu, le matériau solide est largement étudié afin de pouvoir modéliser le comportement d'un alliage à l'état semi solide soumis à une contrainte donnée. La composition de la phase solide est généralement considérée égale à celle de l'alliage, et la modélisation de la fissuration à chaud peut donc considérer un matériau dont la phase solide est déformable. L'étude de la fissuration à chaud peut néanmoins se compléter par un autre moyen d'investigation. Les études de criquabilité et les essais mécaniques à l'état semi solide ou à chaud donnent des informations à l'échelle de l'échantillon, donc macroscopiques. Les modèles quant à eux se placent à l'échelle microscopique ou mésoscopique. Il existe donc une étape à franchir entre le phénomène observé et celui qui est modélisé. Ces informations manquantes peuvent être observées au moyen de différents procédés d'imagerie.

1.7 Observations microscopiques de l'état semi solide

De nombreux protocoles expérimentaux et appareillages différents ont permis l'utilisation de diverses méthodes d'investigation. Dans cette revue bibliographique, nous ne traiterons que de l'imagerie traitant du milieu semi solide et de la fissuration à chaud. L'imagerie peut avoir lieu selon trois méthodes principales différentes : *post mortem*, *ex situ*, et *in situ* en temps réel. Ces procédures sont décrites ci dessous. La prise d'image *post mortem* est la méthode la plus connue et consiste à étudier le matériau après essai. L'essai peut être une sollicitation mécanique à froid ou à chaud, un traitement thermique... Le principal défaut de cette procédure est qu'il n'est pas possible de suivre des évolutions locales sur une même échantillon. La procédure est schématisée figure 1.52(a).

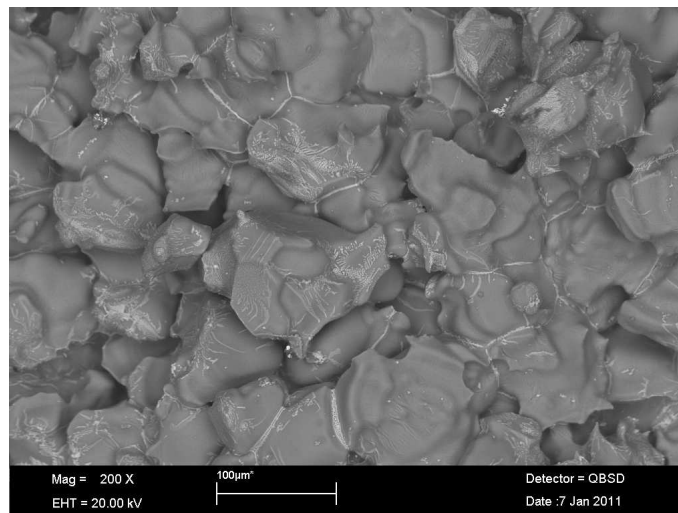
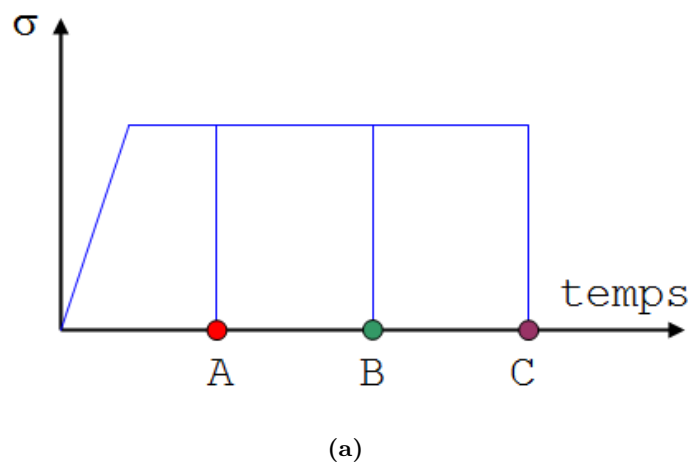


Figure 1.52 – Imagerie *post mortem*, (a) Principe : plusieurs échantillons A, B et C et plusieurs essais, et (b) Exemple de fractographie obtenue sur un MEB

La méthode *post mortem* a le plus souvent été utilisée pour visualiser des microstructures et des faciès de rupture en 2D par le biais de microscopes optiques ou par microscopie électronique à balayage (MEB). Un exemple de faciès observé sur un MEB est présenté sur la figure 1.52(b).

L'imagerie *post mortem* 3D est aussi réalisable par l'acquisition d'un ensemble d'images prises après l'enlèvement de couches minces successives de matériau (coupes séries). Cet enlèvement de matière peut être fait par polissage mécanique pour l'observation au microscope optique, ou par exemple dans un FIB (Focus Ion Beam) pour réaliser des observations à une échelle plus petite. Un avantage de l'imagerie *post mortem* est qu'elle est simple à mettre en œuvre du fait que l'essai a été réalisé au préalable. La microtomographie est la plupart du temps l'outil le plus adapté à l'étude de volumes 3D de manière non destructive. En effet, il s'agit d'une technique d'imagerie 3D qui permet de rendre toutes les informations contenues dans le volume étudié.

Il existe plusieurs façons d'obtenir une tomographie (synchrotron ou tomographe de laboratoire), le principe étant le même pour chaque instrument utilisé : un faisceau de rayons X traverse l'échantillon dont on récupère des images en contraste d'absorption alors qu'il est en rotation pour ensuite reconstruire un volume en 3D via un algorithme propre à chaque appareil. Le principe détaillé de la technique est décrit dans le chapitre 3.

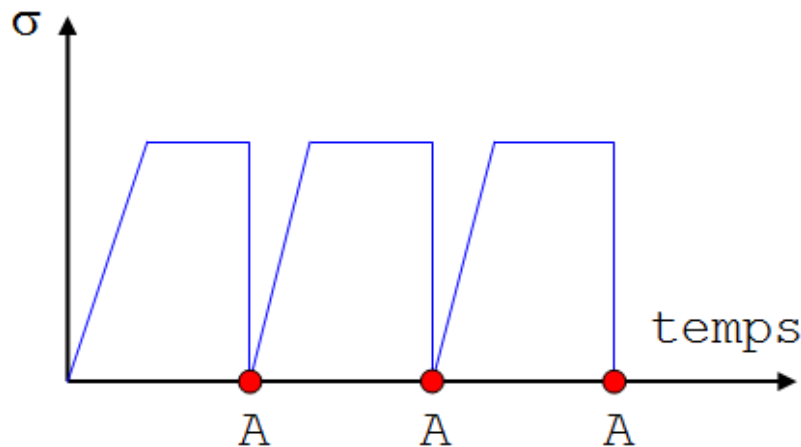


Figure 1.53 – Imagerie *ex situ* : un seul échantillon A, essai réalisé à l'extérieur du dispositif d'imagerie

Une seconde méthode est l'*ex situ*. Dans ce cas de figure on applique une déformation définie à l'échantillon puis l'essai est stoppé pour ensuite visualiser l'état du matériau. Une fois l'image prise, l'échantillon recommence un cycle de déformation, puis imagerie... Ceci jusqu'à la déformation souhaitée. Un inconvénient est que l'échantillon est démonté et remonté à chaque cycle et donc il est possible d'ajouter des déformations parasites en plus de la relaxation que va subir l'échantillon. Cette méthode impose un procédé d'imagerie

non destructif qui nécessite des observation en 2D par microscopie optique ou par MEB, ou en 3D par microtomographie.

Enfin la prise d'images *in situ* est la plus pertinente quant à l'étude de l'évolution structurale d'un matériau au cours d'une déformation. En effet elle consiste à imager pendant l'essai mécanique. Suivant la technique d'imagerie et le protocole expérimental, il est possible de faire cela en temps réel. Ces essais sont cependant limités par leur complexité de mise en œuvre car ils demandent une capacité d'acquisition rapide et un très bon contrôle des paramètres expérimentaux, ceci dans un espace la plupart du temps restreint. Ce mode d'acquisition peut se faire en 2D au moyen d'un microscope optique ou d'un MET, et en 3D par microtomographie.

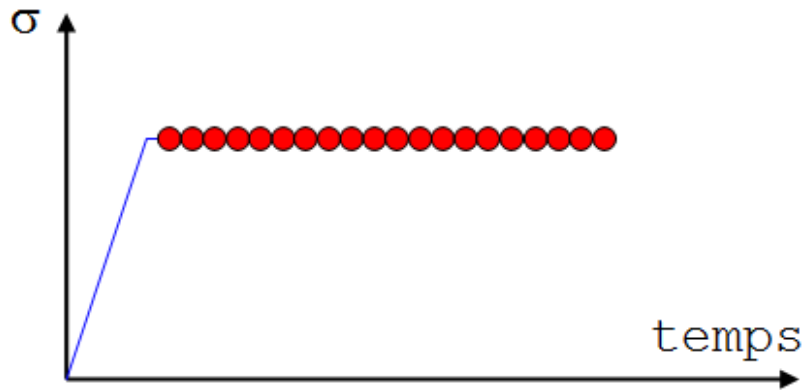


Figure 1.54 – *Imagerie in situ en temps réel : un seul échantillon, prise d'images durant l'essai*

1.7.1 Essais *post mortem*

Grâce à la tomographie, Phillion [Phillion, 2004] a pu observer le phénomène de fissuration à chaud *post mortem* et en déduire que lors de la déformation d'un alliage Al-Mg (AA5182) à l'état semi solide ($f_s \approx 0.98$), les porosités initialement présentes dans le matériau croissent, de nouveaux pores germent, et un processus de coalescence est engagé peu avant la fracture de l'échantillon. Les essais mécaniques ont été menés sur un dispositif de traction à l'état semi solide pouvant appliquer un gradient de température parabolique pour concentrer les déformations à un endroit précis de l'éprouvette. Les volumes ont été acquis pour des échantillons brut de coulée, et après des déformations de 0.02, 0.06, 0.16 et 0.20 comme l'illustre la figure 1.55. Des données relatives au nombre de pores ont été extraites de ces images.

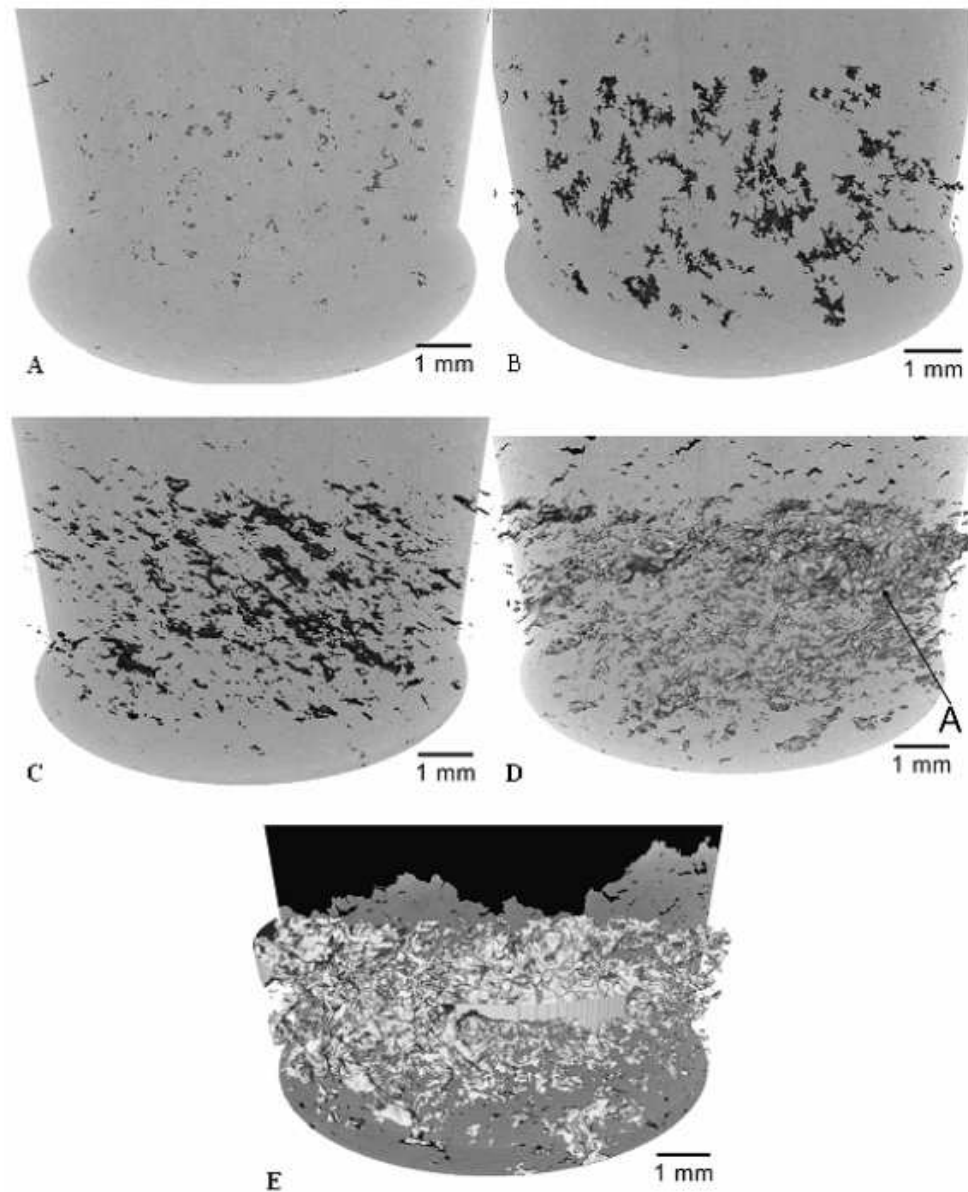


Figure 1.55 – Evolution de l'endommagement des éprouvettes après déformation de (a) 0.02, (b) 0.06, (c) 0.16 et (d) 0.20. Résolution de $9\ \mu\text{m}$ [Phillion, 2004]

1.7.2 Essais *ex-situ*

Phillion a également réalisé des essais *ex situ* sur un alliage d'aluminium AA5182 afin de déterminer le nombre de pores par unité de volume et leur taille maximum pour différents échantillons à différentes déformations. Cette méthode *ex-situ* est aussi utilisée pour suivre une modification lente de microstructure, comme par exemple lors du fluage d'un matériau, qui prend un temps considérable. Requena [Requena et al., 2008] a ainsi procédé à la prise régulière d'images afin de suivre la microstructure de ses échantillons

au cours d'une déformation qui aura duré plusieurs milliers d'heures.

1.7.3 Essais *in situ*

L'investigation *in situ* a d'abord été réalisée en 2D par microscopie optique. Cette technique a permis de visualiser les phénomènes d'écoulement de liquide et de fissuration à chaud lors d'un essai de traction à l'état semi solide d'un alliage organique succinonitrile-acétone transparent dont le montage est présenté sur la figure 1.56 [Farup et al., 2001]. Le principe est de générer une avancée contrôlée du front de solidification. Un levier très fin est disposé dans le bain liquide et sa position est ajustée de telle sorte qu'il arrive en contact avec le front, son extrémité se trouve très proche d'un joint de grains, sans en être dans le prolongement. Une fois que cette extrémité est entouré de solide, l'effort de traction est appliqué et on peut observer l'afflux de liquide dans les zones de dépression comme l'illustre la figure 1.56(b). Ce type d'essai a montré deux modes de fissuration à chaud : par croissance des pores existants, par germination de pores due au retrait de solidification. D'autre part, des phénomènes de guérison de fissures ont été constatés à faibles vitesses de déformation. Ce procédé de visualisation directe a néanmoins des inconvénients. En effet le matériau observé est un substitut à un alliage métallique, et donc le comportement restera différent de celui d'un matériau métallique. D'autre part, l'observation est faite sur une couche très fine de matière ($100\ \mu\text{m}$), ce qui influe grandement sur la répartition des contraintes au sein du matériau et donc sur l'écoulement de liquide. Cet essai considéré comme étant en 2D ne peut donc pas prétendre à une extrapolation aux alliages métalliques pour une étude en volume.

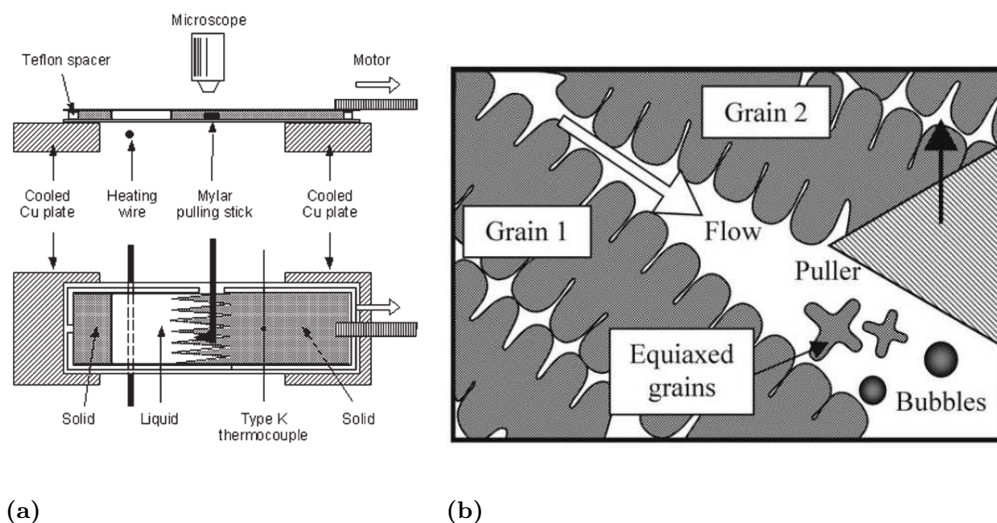


Figure 1.56 – Essais de fissuration à l'état semi solide sur un alliage succinonitrile-acétone. (a) Schéma de principe, (b) vue du mécanisme au niveau microscopique. Les bulles dessinées ici sont des pores existant en début d'essai

L'apparition du rayonnement synchrotron a permis de faire des observations *in situ* en 2D par radiographie sur les microstructures de solidification de matériaux tels que les métaux afin d'observer la répartition des grains équiaxes [Bogno et al., 2010] ou visualiser les transitions entre dendrites colonnaires et équiaxes [Dong et al., 2011]. Nguyen Thi [Nguyenthi et al., 2008] a pu suivre la sédimentation des dendrites et le fait que les bras secondaires de dendrites équiaxes peuvent se briser sous leur propre poids dans une expérience avec une TGZM (Temperature Gradient Zone Melting, voir figure 1.57) pour porter une zone précise à l'état semi solide, tout en gardant le matériau à l'état solide au dessus et en dessous.

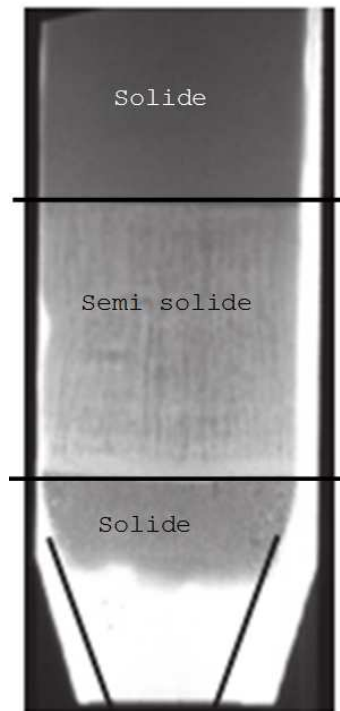


Figure 1.57 – Illustration d'une TGZM, seule une zone ciblée est portée à l'état semi solide [Nguyenthi et al., 2008]

Il est aussi possible de mettre en évidence les effets de convection dans le liquide, notamment observer les changements de compositions dans le liquide par contraste d'absorption [Bogno et al., 2010, 2011b,a]. La figure 1.58 montre la déformation du front de solidification et l'évolution de la concentration en cuivre du liquide au cours de la solidification d'un alliage Al-4pds.%Cu. Ces observations peuvent être utilisées pour valider des modèles numériques [Chen et al., 2012]. La tomographie *in situ* rend aussi possible l'étude de la morphologie des constituants d'un matériau. Felberbaum [Felberbaum, 2010, Felberbaum & Rappaz, 2011] a notamment quantifié la sphéricité des pores dans la zone étudiée d'un alliage Al-Cu par une expérience de tomographie *in situ* en temps réel à

l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF).

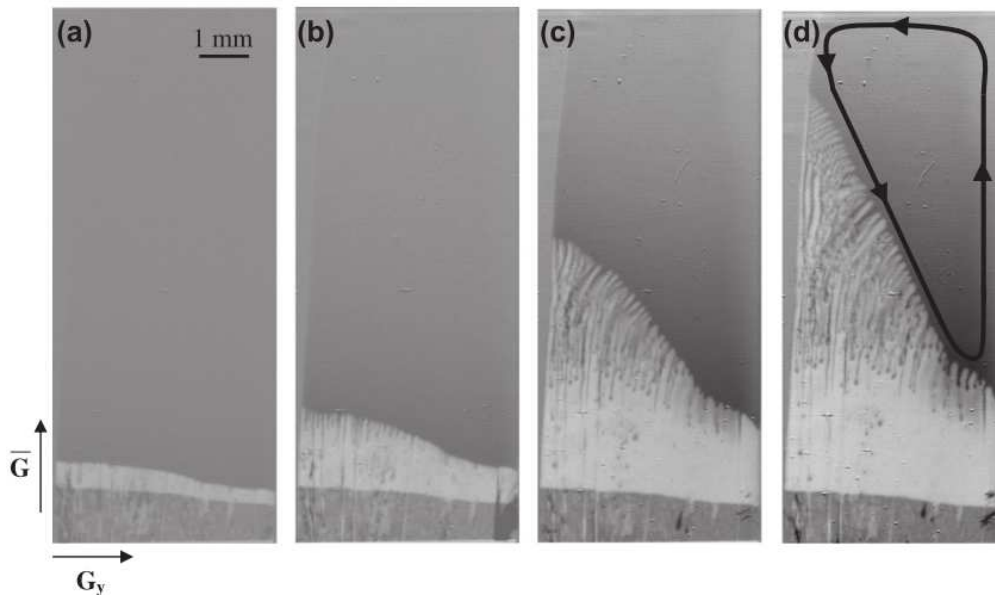


Figure 1.58 – Evolution de la solidification pour (a) $t=17$ min; (b) $t=34$ min; (c) $t=70$ min; (d) $t=88$ min. Le solide apparaît en gris clair, le liquide en gris foncé. Le gradient de niveaux de gris dans le liquide proche de l'interface montre l'enrichissement du liquide en soluté

L'échantillon était monté sur un tube d'alumine inséré dans un four à résistances prévu pour être traversé par un faisceau de photons X. Les images ont été prises en ayant une résolution de $5.6 \mu\text{m}$ et les scans étaient pris toutes les 1 min 28s. Le principe de ces essais était de chauffer l'échantillon légèrement au dessus du liquidus et de le maintenir à cette température quelques minutes pour l'homogénéiser puis il a été refroidi. Ensuite, deux protocoles d'essais ont été réalisés : le premier consistait à maintenir l'échantillon à une température constante pour observer l'évolution de la microstructure à une fraction de solide de 0.49. La solidification se poursuivait dans le second. L'acquisition d'images se faisait pendant le refroidissement, ce qui imposait une baisse de température contrôlée pour que la microstructure n'évolue pas trop pendant la prise d'un scan. Sans cela l'image aurait été floue et inexploitable.

Les volumes 3D issus de la tomographie *in situ* permettent aussi de quantifier la perméabilité de la zone imagée [Fuloria et al., 2008, Bernard et al., 2005], l'évolution des microstructures en solidification rapide [Limodin et al., 2009] ou en refusion [Limodin et al., 2007, Terzi et al., 2010a,b, 2009a]. Récemment, Terzi [Terzi et al., 2009a] a pu réaliser des essais de traction *in situ* en temps réel sur un alliage Al-Cu en refusion partielle avec des optiques de $2.8 \mu\text{m}$. Cela a permis d'observer la nucléation de pores et les mouvements de liquide à l'intérieur de l'échantillon, et de mesurer la dilatation volumique de la zone centrale, là où la déformation est la plus importante. Cette expérience

de tomographie *in situ* en temps réel a été réalisée à l'ESRF. Le dispositif de traction et celui de chauffage étaient installés sur la ligne de lumière. Il sera décrit plus en détails dans la section 3. L'échantillon d'alliage Al-8pds.%Cu étudié était un cylindre de 4 mm de diamètre présentant une section réduite à mi hauteur. Il a été chauffé à 555 °C (soit 7 °C au dessus de la température eutectique) puis maintenu sur ce palier 3 min pour homogénéiser la température. Les images ont été prises alors que l'effort de traction était appliqué à l'alliage semi solide. La vitesse de déformation appliquée était de 2.10^{-4} s^{-1} . La résolution atteinte pour cet essai était de $5.6 \mu\text{m}$ et un scan était pris toutes les 27 s. L'enrichissement en liquide dans la zone utile de l'échantillon est visible sur la figure 1.59. Cet enrichissement est suivi de la formation de pores, de leur croissance et de leur coalescence.

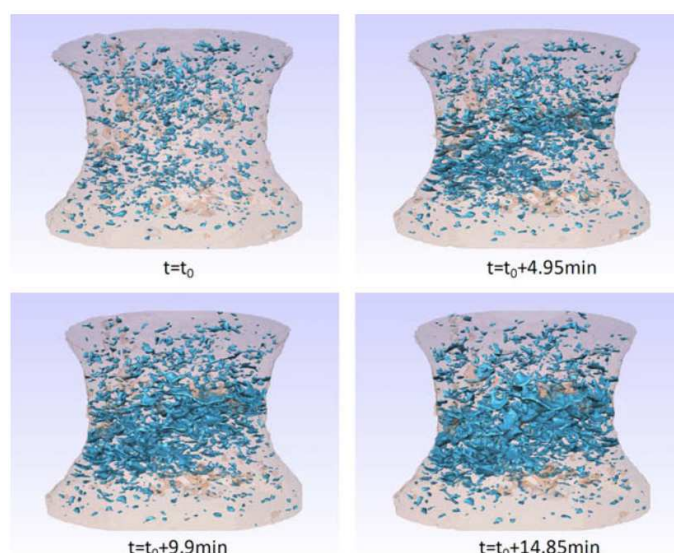


Figure 1.59 – Vues 3D de la zone utile de l'échantillon à différents temps lors de sa déformation. Le plus petit diamètre de la zone imagée est de 1.4 mm. L'enrichissement en liquide au cours de l'essai est visible en bleu [Terzi et al., 2009a]

Bilan

L'observation des microstructures semi solides ont été l'objet de beaucoup d'études en 2D, puis 3D destructif et enfin en 3D non destructif rendant possible le suivi de la microstructure sur le même échantillon en *ex situ* ou *in situ* en temps réel. Nous avons mis en évidence les limites des études *post mortem* qui ne permettent pas d'observer une évolution au sein de l'échantillon. L'imagerie *ex situ* permet d'effectuer un suivi au cours de la déformation du milieu semi solide, l'*in situ* se démarquant par le fait que l'échantillon peut rester à l'état semi solide durant la prise d'images. Cependant, bien que la

tomographie soit un outil puissant pour l'investigation *in situ*, les nombreuses contraintes expérimentales rendent ce type d'expérience particulièrement complexes à mettre en œuvre. Enfin, Très peu d'études *in situ* en 3D ont été menées sur la fissuration à chaud

1.8 Conclusion et objectifs

Nous avons vu dans ce chapitre que les essais de criquabilité donnent des informations principalement qualitatives quant à la sensibilité à la fissuration à chaud des matériaux étudiés. Cependant l'information est macroscopique et ne permet pas d'expliquer les causes de la fissuration à chaud au niveau local. Dans certains cas les déformations locales sont toutefois mesurées, **mais cette mesure n'est possible qu'en surface**. Des critères de fissuration peuvent faire intervenir de nombreux paramètres afin de se rapprocher au mieux des valeurs expérimentales. Ces critères se limitent à une approche à l'échelle de la dendrite, et définissent des phénomènes locaux pour lesquels la phase solide est la plupart du temps définie comme indéformable.

La conduite d'essais mécaniques sur les matériaux solides et semi solides permet de développer des modèles rhéologiques du milieu pâteux. La définition de critères de fissuration apporte la possibilité de réaliser des simulations d'endommagement, et donc de la fissuration à chaud. Les modèles granulaires sont les plus aboutis et permettent une étude à l'échelle locale de la fissuration à chaud. Il est aussi possible de réaliser des calculs sur un volume macroscopique. De plus, ces modèles offrent la possibilité d'une validation par l'expérience en utilisant une microstructure réelle comme structure de base. **Ces modèles granulaires ont donc un grand potentiel pour simuler le phénomène de fissuration à chaud dans des pièces réelles, mais sont encore peu confronté à l'expérience..**

Le comportement de la phase solide d'un alliage semi solide est un élément dont la caractérisation reste indispensable pour améliorer les modèles existants. Cet aspect est d'autant plus important à forte fraction de solide, lorsque la fissuration à chaud intervient. La phase solide est généralement étudiée en posant l'hypothèse que sa composition est celle de l'alliage lui même, or nous avons vu que lors de la solidification d'un alliage, la composition du solide évolue. **La phase solide devrait donc être étudiée en prenant en compte la variation de sa composition en fonction de la température.**

L'étude de la fissuration à chaud peut se compléter par un autre moyen d'investigation. En effet, l'investigation visuelle de ce phénomène permet d'observer des évolutions de microstructures au sein du milieu semi solide. Cela s'est tout d'abord réalisé en 2D, puis en 3D destructif et enfin en 3D non destructif rendant possible le suivi de la microstructure sur le même échantillon en *ex situ* ou *in situ*. Nous avons montré les limites des études *post*

mortem qui ne permettent pas d'observer une évolution au sein de l'échantillon. L'imagerie *ex situ* permet d'effectuer un suivi au cours de la déformation du milieu semi solide, l'*in situ* se démarquant par le fait que l'échantillon peut rester à l'état semi solide durant la prise d'images. L'imagerie *in situ* en temps réel permet de déformer l'échantillon à l'état semi solide pendant la prise d'image. Nous avons vu qu'il est possible d'observer des phénomènes d'apparition de pores ou d'enrichissement en liquide sur des échantillons déformés en traction. Les essais *in situ* réalisés par Terzi [Terzi et al., 2009b] ont été réalisés en conditions isothermes uniquement et n'ont à ce jour pas été confrontés à des modèles analytiques ou à des simulations numériques.

Le chapitre 2 portera sur l'intégration de la variation de composition de la phase solide dans les lois de comportement existantes afin de rendre compte du comportement réel de la phase solide d'un milieu semi solide en cours de solidification. Pour cela des essais de compression à très hautes températures seront réalisés pour différents alliages Al-Cu. Nous verrons ensuite dans le chapitre 3 les techniques expérimentales relatives à l'acquisition d'images en microtomographie, et nous décrirons le dispositif de traction *in situ* utilisé. Nous présenterons ensuite les résultats issus de la microtomographie *in situ* appliquée à des essais de traction à l'état semi solide. Ce procédé non destructif a permis l'observation des flux de liquide et des mouvements du solide en 3D au sein d'un échantillon massif. Ces résultats seront ensuite analysés, discutés, et comparés à des modélisations.

Le dernier chapitre sera consacré à la présentation du dispositif expérimental conçu et réalisé pour répondre aux contraintes de la microtomographie *in situ* ultra rapide, qui permet d'acquérir des volumes en moins de 0.2 s. De plus il est possible d'avoir une acquisition continue des images. Ces deux caractéristiques permettent d'observer des phénomènes rapides et de ne pas manquer d'information lors d'un éventuel temps de latence entre les acquisitions de volume. Nous décrirons également le protocole expérimental établi pour l'utilisation de ce dispositif. Enfin, nous présenterons les dernières images obtenues lors des essais de tomographie rapide réalisés. Nous concluons enfin sur les avancées scientifiques qu'ont permis ces travaux de thèse et présenterons les perspectives d'améliorations de ceux-ci.

CHAPITRE 2

Loi de comportement de la phase solide

Nous avons vu dans le chapitre 1 qu'il est indispensable de connaître la loi de comportement de la phase solide pour décrire intégralement celle d'un alliage à l'état semi solide. Dans le cas général, le matériau est considéré comme ayant une phase solide homogène de composition constante au cours de sa solidification, ce qui n'est pas exact. L'objectif de ce chapitre est de montrer comment nous avons procédé pour déterminer une loi de comportement valide sur la ligne de solidus d'un alliage Al-Cu. Ce choix d'alliage binaire a été fait par souci de cohérence entre les différents aspects de cette étude. En effet nous avons choisi le cuivre comme élément d'alliage car il facilite les observations par tomographie et il permet de rendre compte du comportement d'autres alliages commerciaux à base d'aluminium, plus particulièrement les séries 2000. Nous avons choisi de faire varier la composition de la phase solide entre 1 et 4 pds.%Cu pour cette étude. Etant donné que les essais sont réalisés dans le domaine monophasé α , les teneurs supérieures à 4 pds.%Cu n'ont pas été traitées. En effet, l'intervalle de température du domaine monophasé se réduit de manière conséquente à l'approche de la limite de solubilité du cuivre dans l'aluminium qui est de 5.65 pds.%Cu, et par conséquent le calcul d'une énergie d'activation thermique serait mené avec une erreur trop importante pour pouvoir être fiable.

Dans un premier temps, les techniques expérimentales utilisées depuis l'élaboration des matériaux jusqu'aux essais mécaniques seront décrites. Les résultats issus de ces expériences seront ensuite présentés et discutés. Une étude de la microstructure des échantillons a été menée de manière connexe à ces essais afin de valider le traitement thermique de mise en solution et observer la déformation au niveau microscopique. Le protocole de préparation des échantillons et d'analyse des images sera décrit dans la section 2.1.2.

2.1 Essais de compression

2.1.1 Elaboration des matériaux

Les matériaux utilisés sont des alliages Al-Cu contenant 1, 2, 3, et 4 pds.%Cu. Les alliages ont été élaborés au moyen d'une dilution d'un alliage Al-8pds.%Cu par de l'aluminium pur à 99.9 %. Les lopins ont été portés à 800 °C dans un creuset pendant 40 min à l'intérieur d'un four à résistances. Après avoir homogénéisé le liquide par convection forcée, des barreaux ont été coulés et une analyse thermique a été réalisée simultanément afin de contrôler la composition de l'alliage élaboré.

L'analyse thermique est un procédé utile pour déterminer la composition d'un alliage à l'état liquide. La procédure consiste à verser le matériau en fusion dans un creuset en sable de silice aggloméré contenant un thermocouple protégé de toute attaque par le liquide. La température donnée par le thermocouple est enregistrée en temps réel sur un ordinateur afin d'obtenir la courbe de refroidissement de l'alliage.

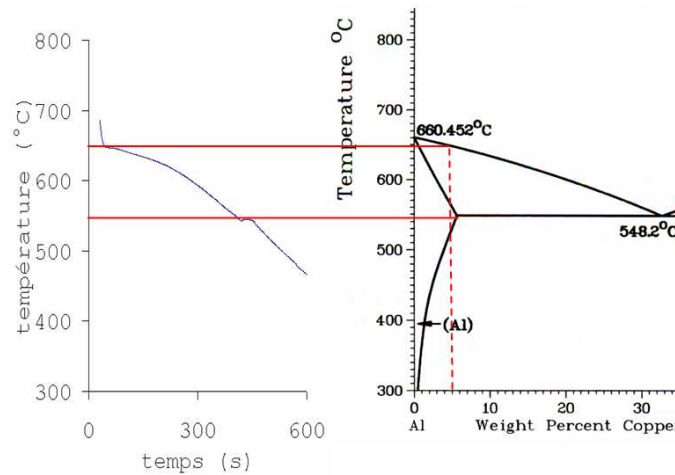


Figure 2.1 – Courbe de refroidissement d'un alliage Al-4pds.%Cu avec la correspondance sur le diagramme de phase Al-Cu

Le début de la solidification est marqué par une rupture de pente. En observant de plus près cette rupture il est possible de voir une légère surfusion. Le refroidissement rapide de l'alliage nous place dans une situation hors d'équilibre. Aussi, un palier de température généré par la formation d'eutectique est visible en fin de solidification. Ce palier a une durée dépendante de la teneur en cuivre et est lui aussi précédé par une légère surfusion. Le palier eutectique peut être utilisé pour étalonner le thermocouple car il arrive que la température lue diffère de quelques degrés de la température réelle.

Cette courbe de refroidissement peut être mise en rapport avec le diagramme de phase afin de déterminer la composition de l'alliage (voir figure 2.1). Les ruptures de pentes sont reportées sur la diagramme et ainsi il est possible de vérifier la composition de l'alliage. L'erreur commise pour la détermination de la composition de l'alliage est inférieure à $e = \pm 0.1 \text{ pds. \% Cu}$.

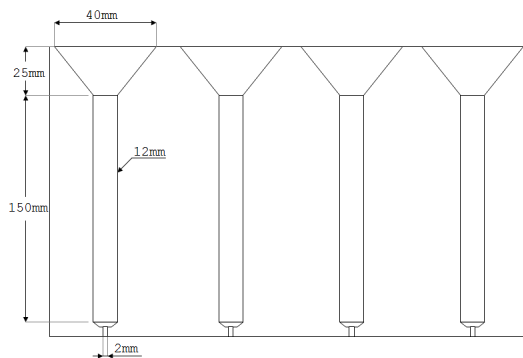


Figure 2.2 – Dessin du moule de coulée des barreaux

Juste après avoir versé l'alliage dans le creuset d'analyse thermique, la coulée pour

l'élaboration des barreaux est effectuée. L'alliage est versé dans un moule en acier recouvert de graphite pour faciliter le démoulage. Un dessin du moule est montré figure 2.2. Après le refroidissement à température ambiante, les barreaux formés sont démoulés et placés dans un four à 540 °C. Cette température est maintenue 30 h afin de mettre l'alliage en solution solide α et donc redissoudre la phase Al_2Cu formée hors d'équilibre.

2.1.2 Observations de la microstructure avant déformation

Une série de micrographies a été réalisée avant les essais de compression afin de vérifier l'efficacité du traitement thermique appliqué au matériau. Pour cela, les échantillons sont enrobés dans une résine, puis polis. Cette surface est ensuite attaquée par un réactif de Keller afin de révéler la microstructure. La figure 2.3 montre une micrographie d'un alliage Al-4pds.%Cu avant déformation. .

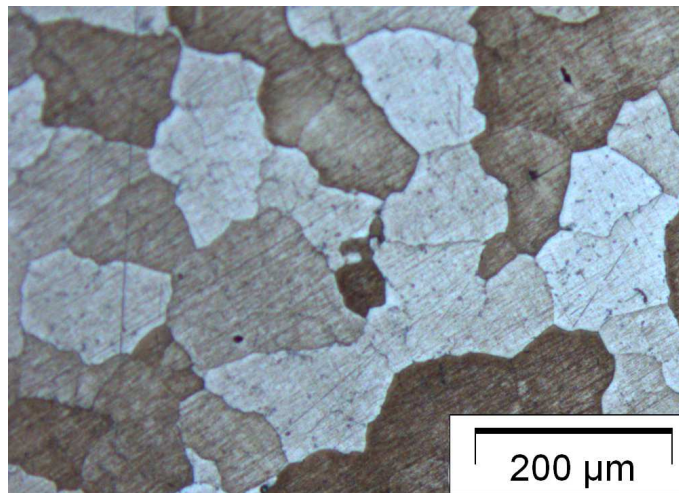


Figure 2.3 – Micrographie d'un échantillon d'alliage Al-4pds.%Cu non déformé dans un plan de coupe contenant l'axe du cylindre

On y voit une structure présentant des grains équiaxes dont l'homogénéité montre l'efficacité du traitement de mise en solution solide. En effet une mise en solution à température trop basse pour la durée choisie aurait laissé des traces d'eutectique au sein de la matrice Al-Cu. Une fois le matériau observé, des échantillons cylindriques d'un diamètre de 5 mm et d'une longueur de 8 mm ont été usinés dans l'axe des barreaux. Une fine couche de graphite a ensuite été déposée afin de lubrifier les surfaces qui seront en contact avec les mors lors de l'essai de compression.

2.1.3 Protocole d'essais

Pour réaliser les essais de compression, nous avons utilisé une machine d'essai de traction/compression Adamel DY34, munie de mors cylindriques initialement prévus pour des

essais de cisaillement à l'état semi solide (cf. section 1.4, figure 1.26(a)). L'ensemble est chauffé par un four à lampes, la température étant lue sur trois thermocouples dont la disposition est rappelée sur la figure 2.4

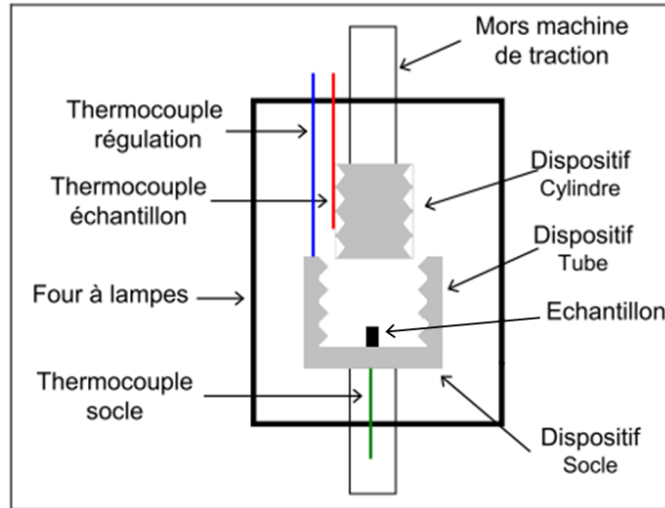


Figure 2.4 – Schéma de montage pour l'essai de compression à chaud, adapté de [Giraud, 2010]

L'essai a été mené selon le protocole suivant : l'échantillon est d'abord placé au centre du cylindre inférieur, dont l'utilisation permet d'avoir un chauffage de l'échantillon homogène et bien moins sensible au rayonnement direct des lampes qui induirait sans cela de grandes variations de températures lors de la régulation d'un palier. Une fois l'échantillon placé, le mors supérieur est abaissé afin d'entrer en contact avec l'échantillon. Le contact est considéré effectif lorsque le capteur de force enregistre un effort. Afin de ne pas déformer l'échantillon, la force appliquée lors de la mise en contact ne dépasse pas 2N. Le contrôle de cette charge se fait en descendant le mors à très faible vitesse de traverse ($v = 5 \text{ mm.min}^{-1}$). La dilatation de l'ensemble chauffé, c'est-à-dire les supports de mors en acier inoxydable, les mors eux mêmes, et l'échantillon, est compensée dans son intégralité avant le chauffage. Des essais préliminaires ont permis de déterminer une dilatation totale d'environ 2.8mm. Après avoir effectué cette opération, le four à lampes est fermé et isolé avec de la laine réfractaire. Le chauffage est initialisé et une rampe de 40 °C.min^{-1} est imposée jusqu'à la température de consigne. Le tableau 2.5(a) synthétise les températures d'essais choisies pour les alliages étudiés. Nous avons défini des températures homologues afin de situer les températures d'essai par rapport au solidus pour chaque alliage. celles-ci sont calculées par la relation suivante : $T_{homologue} = \frac{T(K)}{T_{solidus}(K)}$. La température d'essai est atteinte lorsque les thermocouples de l'échantillon et du socle sont en accord à $\pm 1 \text{ °C}$.

Les essais étant réalisés à température constante, un maintien de 5 min environ a été respecté avant le début de chaque essai afin de la stabiliser. Lorsque les trois thermocouples

insérés dans le dispositif sont stables, alors l'essai peut être lancé. Les essais consistent à soumettre l'échantillon à des sauts de vitesses de déformation. Le détail des séquences du programme d'essai est consigné dans le tableau 2.5(b). Le but recherché est d'obtenir un palier de valeurs de contrainte pour chaque vitesse de déformation imposée. Cela nécessitant un nombre de points minimal pour être représentatif, la durée pendant laquelle la vitesse de déformation reste constante a été déterminée lors d'essais préliminaires. La vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ est utilisée deux fois à des valeurs de déformation différentes afin de quantifier un éventuel écrouissage ou adoucissement du matériau au cours de l'essai.

Alliages	Températures ($^{\circ}\text{C}$) ; températures homologues (T/T_{solidus})				
Al-1pds.%Cu	525 ; 0.874	553 ; 0.905	583 ; 0.938	618 ; 0.976	/
Al-2pds.%Cu	525 ; 0.896	548 ; 0.921	574 ; 0.951	602 ; 0.982	613 ; 0.994
Al-3pds.%Cu	525 ; 0.912	543 ; 0.933	564 ; 0.957	586 ; 0.982	602 ; 0.998
Al-4pds.%Cu	525 ; 0.928	539 ; 0.944	554 ; 0.962	570 ; 0.980	579 ; 0.991

(a)

$\dot{\epsilon} \text{ (s}^{-1}\text{)}$	Déformation
10^{-4}	0 à -0.04
2.10^{-4}	-0.04 à -0.08
4.10^{-4}	-0.08 à -0.12
10^{-4}	-0.12 à -0.16
8.10^{-4}	-0.16 à -0.2
2.10^{-3}	-0.2 à -0.25
4.10^{-3}	-0.25 à -0.325
8.10^{-3}	-0.325 à -0.4
10^{-2}	-0.4 à -0.475
2.10^{-2}	-0.475 à -0.550

(b)

Figure 2.5 – Tableaux de synthèse (a) des températures homologues lors des essais et (b) des vitesses de déformations et domaines de déformations associés

2.1.4 Résultats bruts

Les essais de compression permettent d'accéder aux données relatives aux contraintes et déformations vraies subies par l'échantillon au cours de l'essai. La courbe 2.6 montre un graphique issu de ces essais. Les courbes représentent la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour les différents alliages étudiés (Al-1pds.%Cu à Al-4pds.%Cu). Ces courbes montrent une augmentation de la contrainte lorsque la teneur en cuivre augmente. Un comportement identique a été observé lorsque la vitesse de déformation augmente. Le fait que les paliers soient horizontaux montre que le matériau ne s'écrouit pas durant l'essai, ce qui est confirmé par la valeur de la contrainte identique lors des deux paliers de déformation à la vitesse $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

L'alliage Al-1pds.%Cu a un comportement qui diffère légèrement de celui des autres à 525°C . Ceci peut s'expliquer par le fait que la température homologue est plus faible que celle des autres alliages à la même température, et par conséquent la restauration ne se fait pas suffisamment vite pour éviter l'écrouissage du matériau à forte vitesse de déformation.

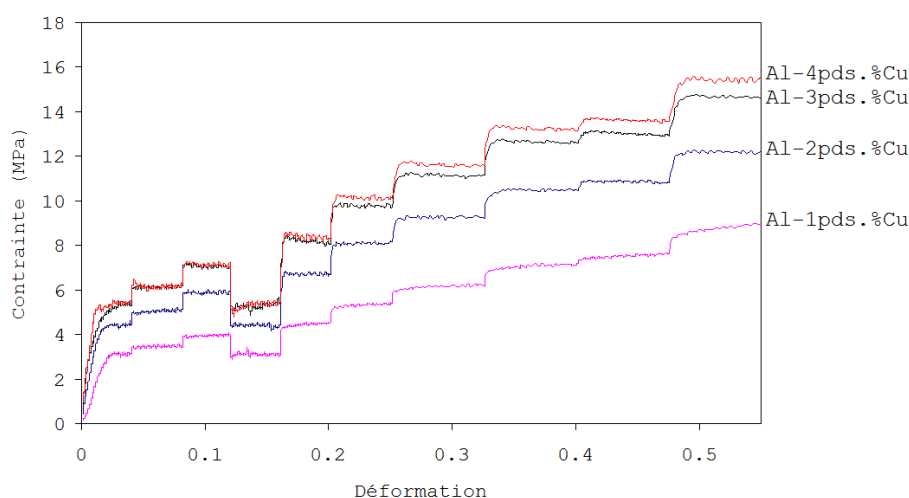


Figure 2.6 – Courbes contrainte-déformation pour les différents alliages étudiés lors d'essais de compression à 525 °C

Les essais de compression permettent aussi d'observer l'influence de la température sur la contrainte d'écoulement des matériaux. Le graphe 2.7 montre l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation à différentes températures pour l'alliage Al-4pds.%Cu. Il apparaît sur ces courbes que la contrainte décroît lorsque la température augmente, comme attendu.

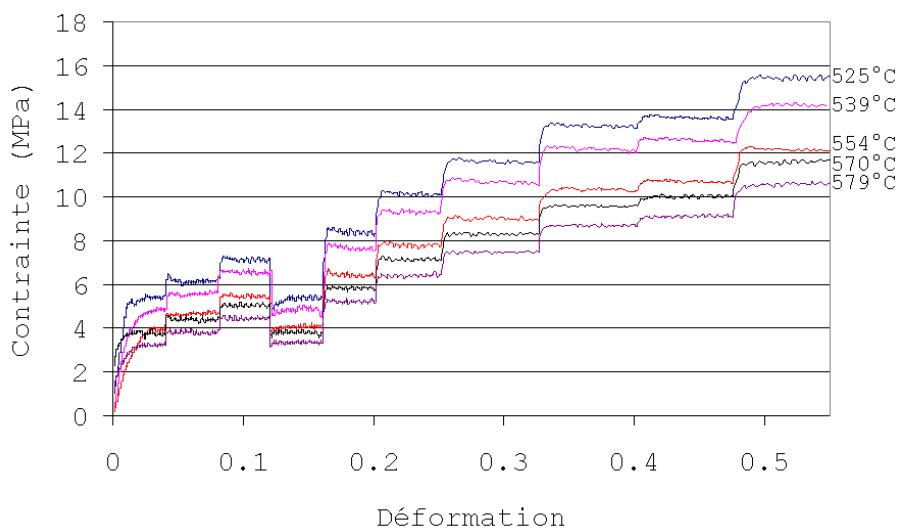


Figure 2.7 – Courbe contrainte-déformation à différentes températures pour un alliage Al-4pds.%Cu

2.1.5 Observations de la microstructure après déformation

Une série de micrographies a été réalisée après les essais de compression afin de confirmer la détermination du mécanisme de déformation du matériau. Pour cela, les échantillons

sont préparés de la même façon que dans la section 2.1.2, et sont observés au microscope après déformation à chaud afin de mettre en évidence un mode particulier de déformation. Ces micrographies montrent un allongement des grains perpendiculairement à la direction de compression, et un rétrécissement suivant celle-ci, comme le montre la figure 2.8. Le mécanisme de déformation prépondérant est donc probablement un glissement des dislocations contrôlé par leur montée. La déformation par diffusion, si elle existe, est minime au vu de la taille des grains de l'ordre de $100\ \mu\text{m}$ et des valeurs de vitesses de déformation utilisées. La superplasticité est exclue au vu des déformations des grains ainsi que leurs tailles.

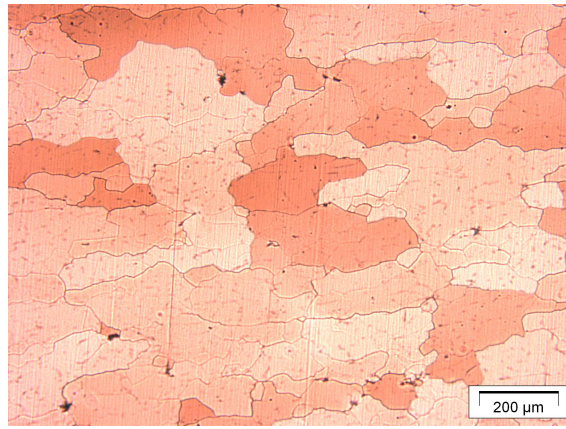


Figure 2.8 – Micrographie d'un échantillon d'alliage Al-4pds.%Cu après déformation dans un plan de coupe contenant l'axe du cylindre

2.2 Analyse des résultats

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, les courbes issues des essais de compression vont servir à définir une loi de comportement de la phase solide. L'objectif de cette section est de déterminer une loi qui prend en compte la dépendance en composition. Les courbes obtenues par compression à chaud suivent une loi viscoplastique. Il en existe de nombreuses, aussi nous avons choisi une loi de déformation par loi puissance classique pour notre modèle [Kassner & Pérez-Prado, 2000] :

$$\dot{\varepsilon} = A \left(\frac{DGb}{RT} \right) \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n \quad (2.1)$$

Où A est une constante, G est le module de cisaillement que l'on prendra variable avec la température, R est la constante des gaz parfaits, σ est la contrainte en régime permanent, b est le vecteur de Burgers et T est la température. D est le coefficient de diffusion en

volume, qui dépend de la température selon une loi d'Arrhénius :

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.2)$$

Où D_0 est une constante de diffusion et Q est l'énergie d'activation.

Détermination de n

La première étape de la démarche consiste à trouver le coefficient de sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte noté n . Pour cela il faut relever les valeurs des niveaux de contraintes sur les courbes, et ensuite tracer les droites correspondant à chaque saut de vitesse sur un graphe $\frac{\dot{\epsilon}RT}{AD_0 \exp(-\frac{Q}{RT})Gb} = f\left(\frac{\sigma}{G}\right)$ en échelle log-log afin de s'affranchir

de la variation de G dans la détermination de n . Comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, la valeur du module de cisaillement varie en fonction de la température. Pour décrire cette évolution il est possible d'écrire la loi suivante [McLellan, 1987] :

$$G(T) = \frac{0.806624 - 3.27794T \cdot 10^{-4} - 9.75921 \cdot 10^{-7}(T - 520)^2 - 2.72524 \cdot 10^{-10}(T - 520)^3}{100 * 2(1 + \nu)} \quad (2.3)$$

Avec $\nu = 0.3$ le coefficient de Poisson du matériau. T est en Kelvin. Cette loi d'évolution du module de cisaillement est cependant définie pour de l'aluminium pur et il convient de signaler que sa valeur change aussi en fonction de la teneur en cuivre. Les alliages considérés étant très faiblement alliés, nous ferons l'hypothèse que cette influence est cependant négligeable devant G afin de nous en affranchir dans le calcul. La figure 2.9 montre les points expérimentaux relevés pour les différents alliages étudiés ainsi que deux droites représentant des évolutions en loi puissance pour un $n = 5$, caractéristique des solutions solides [Kassner & Pérez-Prado, 2000]. Cette valeur est de plus en accord avec la valeur expérimentale de $n = 4.5$ obtenue par Chaudury et al. [Chaudury & Mohamed, 1988]. La bonne corrélation entre les points expérimentaux et ces segments références nous permet de choisir cette valeur de n pour l'ensemble des alliages dans la suite de l'étude. Le mécanisme de déformation prépondérant lors de nos essais semble donc être le glissement contrôlé par la montée des dislocations.

Pour la suite de cette étude, la valeur de l'énergie d'activation est donc définie comme étant égale à celle du mécanisme d'autodiffusion dans l'aluminium, soit $Q = 142 \text{ kJ.mol}^{-1}$ [Kumar & Kassner, 2009]. La valeur de la constante de diffusion est donc $D_0 = 3.5 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Ces valeurs sont remplacées dans la loi de fluage décrite dans l'équation suivante :

$$\dot{\epsilon} = A_2 \exp\left(-\frac{142 \cdot 10^3}{RT}\right) \frac{Gb}{RT} \left(\frac{\sigma}{G}\right)^5 \quad (2.4)$$

Avec $A_2 = AD_0$; A_2 est ici une fonction de la concentration en cuivre que nous allons maintenant déterminer.

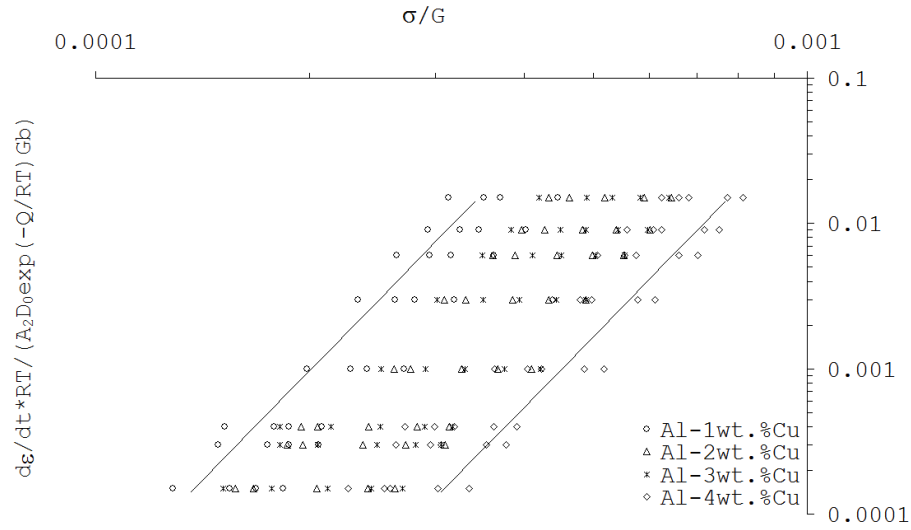


Figure 2.9 – Tracé de la vitesse de déformation normalisée en fonction de la contrainte normalisée à chaque saut de vitesse pour les alliages étudiés. Les segments sont les références $n=5$

Influence de la composition

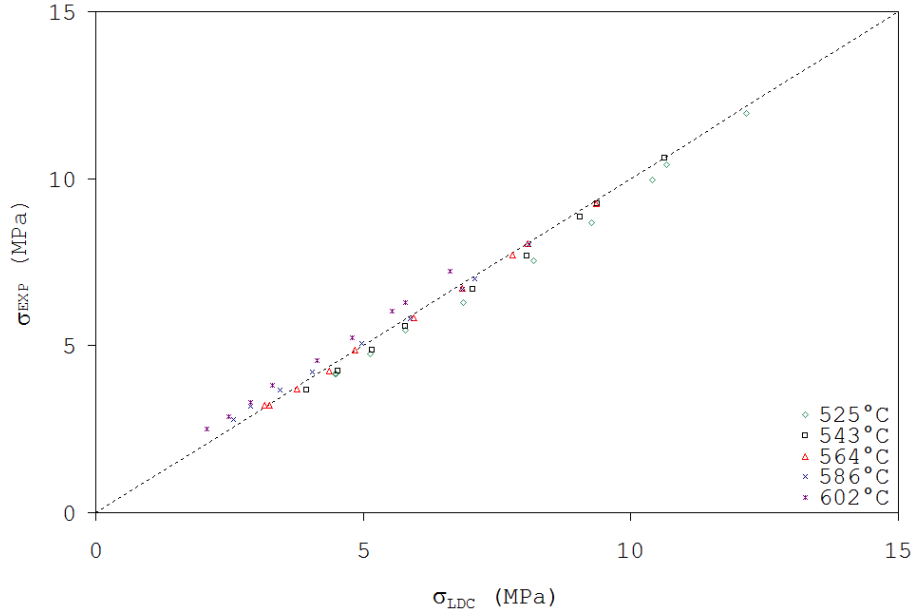


Figure 2.10 – Contrainte expérimentale (σ_{EXP}) en fonction de la contrainte calculée (σ_{LDC}) pour un Al-3pds.%Cu

Pour déterminer la fonction A_2 , la loi de comportement est validée par l'expérience, puis on compare la valeur calculée par la loi de comportement avec les valeurs expérimentales.

La figure 2.10 montre cette comparaison pour un alliage Al-4pds.%Cu. Sur cette figure, la contrainte expérimentale est tracée en fonction de la contrainte calculée. L'écart entre expérience et calcul est minime quels que soient les températures et niveaux de contrainte appliqués.

Afin que l'accord entre valeurs calculées et valeur mesurées soit respecté, la valeur de A_2 doit varier pour chaque alliage. En plus de nos essais, nous avons utilisé les données obtenues pour de l'aluminium pur soumis à une déformation en torsion par Kassner et al. [Kassner & Pérez-Prado, 2000] afin d'avoir un point supplémentaire à 0 pds.%Cu. Le graphe 2.11 montre les trois essais qu'ils ont effectués. Nous ne prendrons en compte que celui à la plus haute température car il s'éloigne le moins de nos conditions expérimentales et ne montre qu'un faible pic de recristallisation. Les résultats à $T = 485^\circ\text{C}$ montrent un palier descendant de 3.13 MPa à 2.75 MPa pour $\dot{\epsilon} = 5.8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. On obtient $A_2(\text{Al}_{\text{pur}})$ à partir de l'équation 2.5.

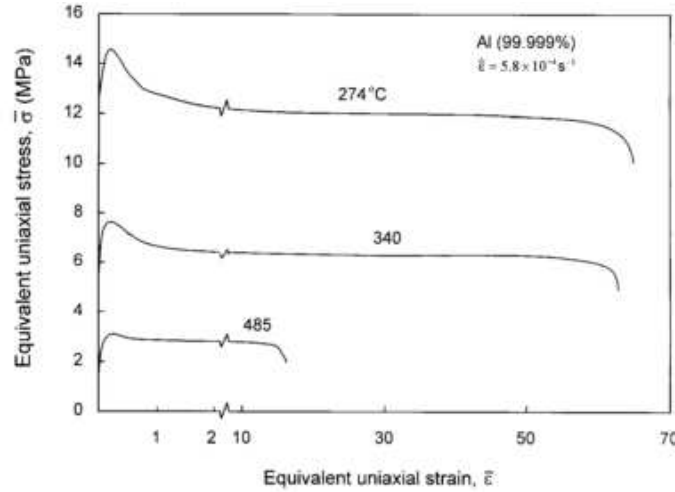


Figure 2.11 – Courbes contrainte-déformation pour de l'aluminium pur en torsion à différentes températures et pour $\dot{\epsilon} = 5.8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ [Kassner & Pérez-Prado, 2000]

$$A_2 = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{142 \cdot 10^3}{RT}\right) \frac{RT}{Gb} \left(\frac{G}{\sigma}\right)^5 \quad (2.5)$$

Avec $G(485^\circ\text{C}) = 19.2 \text{ GPa}$, $\sigma = \frac{3.13 + 2.75}{2} = 2.94 \text{ MPa}$. On obtient ainsi une valeur de $A_2 = 4.83 \cdot 10^{27} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. La figure 2.12 montre les valeurs de A_2 calculées pour les différents matériaux testés ainsi que le graphe correspondant. Une bonne approximation de l'évolution de A_2 peut être obtenue par l'équation suivante. On peut donc écrire :

$$A_2 = 10^{25} (483.4 - 473.2 \tanh(0.8875(\text{pds.\%Cu}))) \quad (2.6)$$

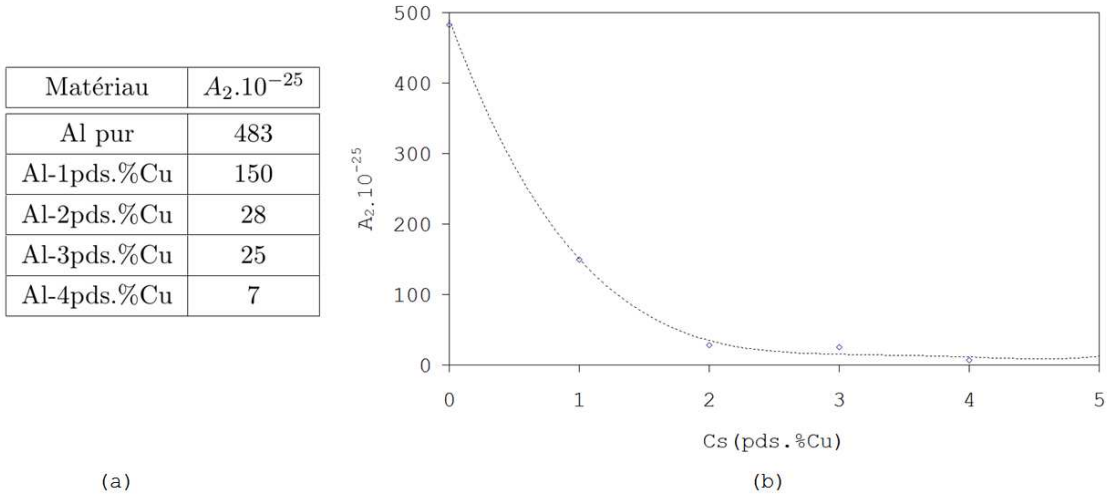


Figure 2.12 – (a) Valeurs de A_2 pour chaque alliage étudié et pour l'Al pur, (b) Courbe A_2 en fonction de la composition. La courbe de tendance est tracée en pointillés

2.3 Discussion

2.3.1 Comparaison avec la littérature

Nous pouvons ainsi comparer notre modèle avec celui de Fuloria et Lee [Fuloria & Lee, 2009] pour un alliage Al-3pds.%Cu. Ce modèle décrit le comportement de la phase solide pour des températures comprises entre 450 °C et 600 °C selon l'équation suivante :

$$\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = K(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) \varepsilon^{m(T)} \dot{\varepsilon}^{p(T)} \quad (2.7)$$

Avec $K = 140.56 - 0.2117T$ et $m = 0.022$. De plus, l'auteur écrit :

$$p = 0.15 + 0.0002(T - 450) \quad (2.8)$$

ε est la déformation plastique, $\dot{\varepsilon}$ est la vitesse de déformation, m est le coefficient d'écrouissage, K est le facteur de contrainte d'écoulement du matériau et $p = \frac{1}{n}$ est le coefficient de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation. Les valeurs de p calculées au moyen de l'équation 2.8 mènent à des valeurs de n telles que $5.56 \leq n \leq 6.06$ pour des températures comprises entre 525 °C et 600 °C. Pour une lecture plus facile, nous noterons σ_F la contrainte calculée au moyen de la relation de Fuloria, σ_{exp} la contrainte expérimentale mesurée lors de nos essais et σ_{LDC} la contrainte issue de la loi de comportement définie par l'équation 2.4.

L'utilisation de l'équation 2.7 pour déterminer la contrainte donne des valeurs différant légèrement de nos valeurs expérimentales. La figure 2.13 représente σ_{exp} en fonction de σ_F .

Une droite de pente 1 est tracée en pointillés. On observe une dispersion des valeurs de σ_F par rapport à cette droite de référence augmentant lorsque la contrainte augmente et la température diminue. Cette même dispersion a été observée par Fuloria sur ses propres expériences entre 500 °C et 575 °C. Par ailleurs la loi de comportement que nous avons déterminée présente une dispersion des valeurs de contraintes moins importante que celle pour le modèle de Fuloria. En effet on peut observer sur la figure 2.10 que tous les points restent proches de la droite de pente 1 en pointillés.

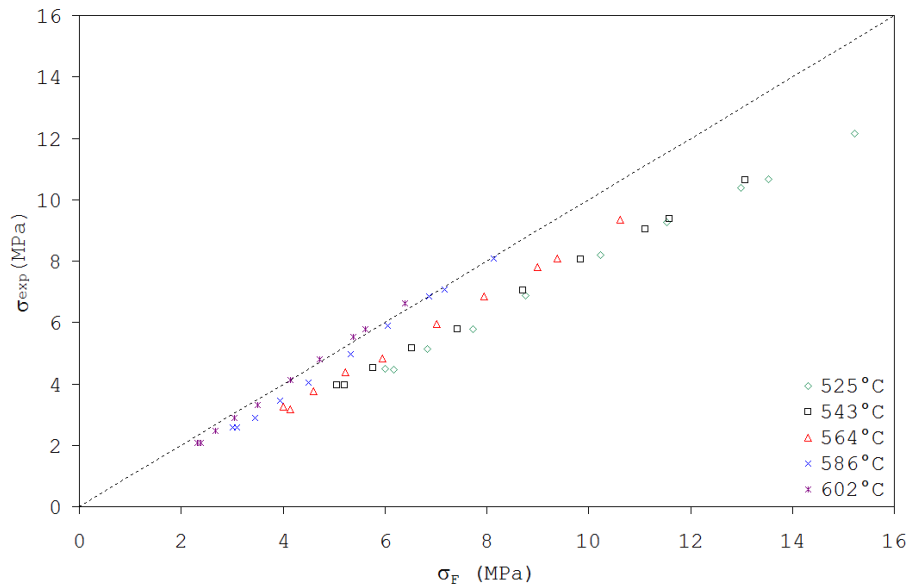


Figure 2.13 – Contrainte expérimentale en fonction de σ_F pour différentes températures d'essai, alliage Al-3pds.%Cu

Les courbes 2.13 et 2.10 nous permettent de comparer le modèle de Fuloria et Lee au nôtre. On observe un écart entre la contrainte calculée et la contrainte mesurée qui augmente à mesure que la température diminue et que la contrainte s'accroît. Notre loi de comportement est donc cohérente avec ce résultat de la littérature pour un Al-3pds.%Cu. Cependant le modèle de Fuloria n'est pas applicable à la gamme d'alliage complète entre 0 et 5.65 pds.%Cu et ne peut donc pas être utilisé dans un cas d'étude de la phase solide d'un matériau en cours de solidification, dont la composition ne sera pas homogène. Afin de mettre en évidence la validité de nos calculs sur cet intervalle de compositions, nous avons également tracé des courbes comparant notre modèle à nos expériences.

Les courbes représentant σ_{EXP} en fonction de σ_{LDC} obtenues pour les alliages Al-1pds.%Cu, Al-2pds.%Cu, et Al-4pds.%Cu sont présentées respectivement sur les figures 2.14, 2.15, et 2.16. Pour ces alliages l'écart entre l'expérience et notre modèle est faible, bien que montrant des points s'écartant sensiblement de la droite de pente 1 à basses contraintes quelle que soit la température pour l'alliage Al-4pds.%Cu. Nous mettons ainsi en évidence

le fait que notre modèle convient pour les compositions allant de 0 à 4 pds.%Cu, et qu'il est de plus validé par l'expérience et la littérature pour de l'aluminium pur et un alliage Al-3pds.%Cu. Nous faisons l'hypothèse qu'il est possible d'extrapoler la validité de notre loi de comportement jusqu'à la limite de solubilité du cuivre dans l'aluminium. Ainsi nous avons une relation qui serait valide de 0 à 5.65 pds.%Cu.

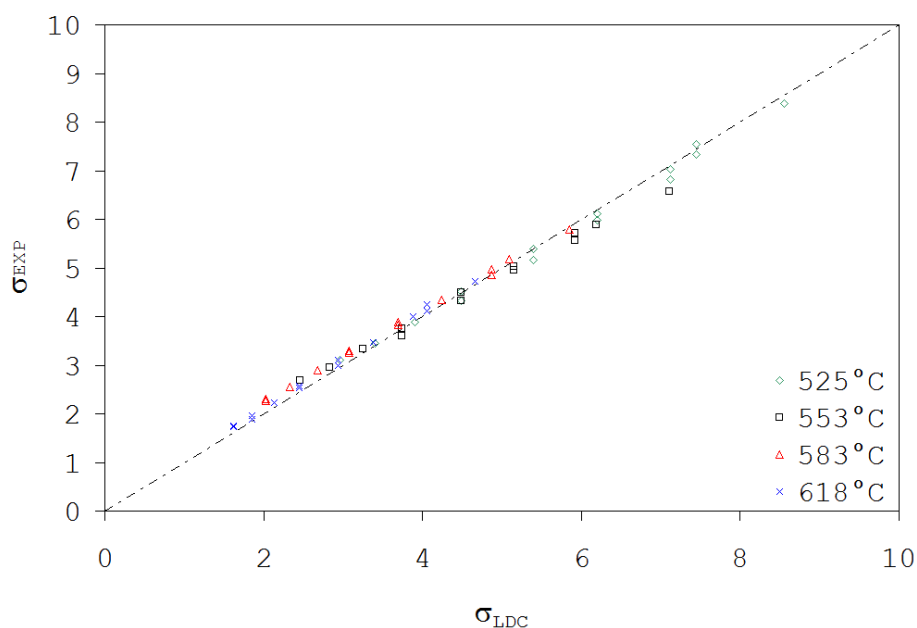


Figure 2.14 – σ_{EXP} en fonction de σ_{LDC} , alliage Al-1pds.%Cu

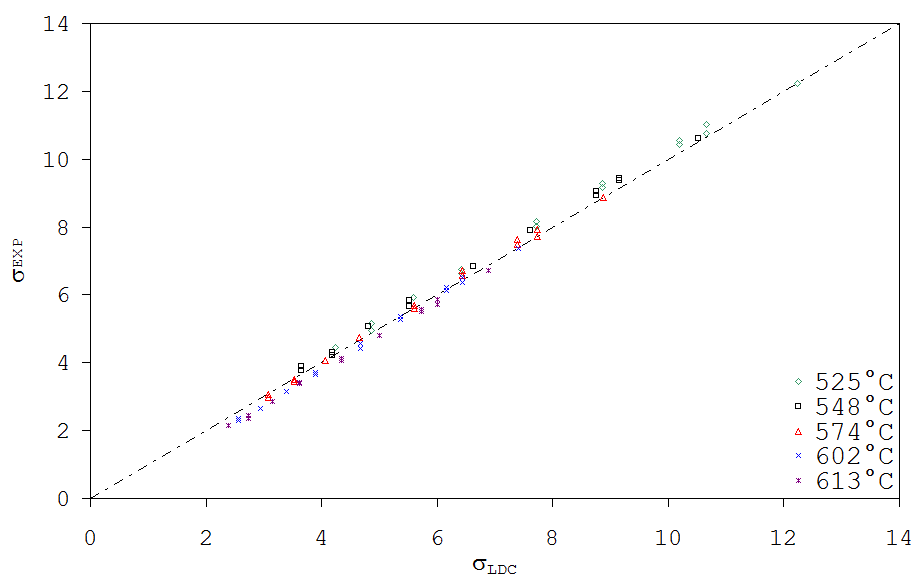


Figure 2.15 – σ_{EXP} en fonction de σ_{LDC} , alliage Al-2pds.%Cu

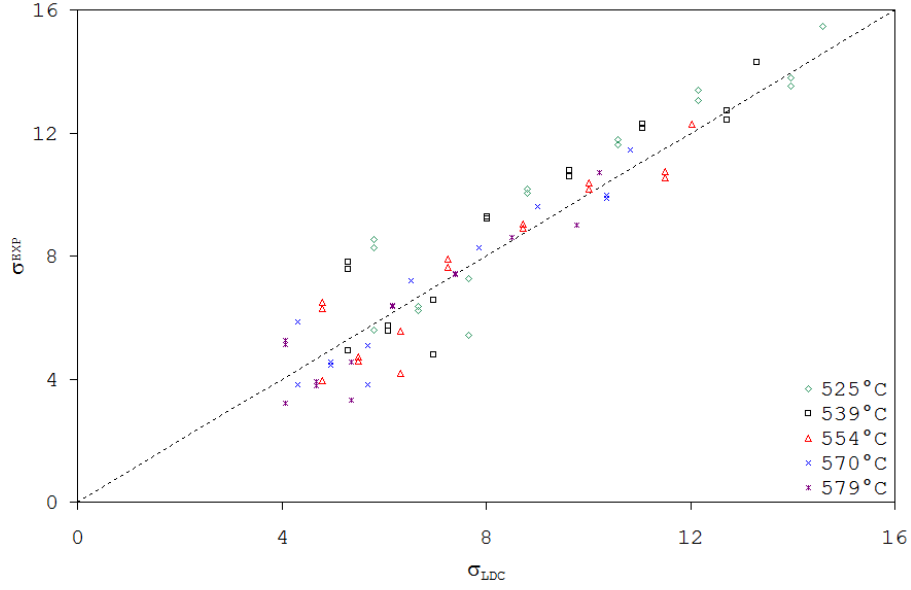


Figure 2.16 – σ_{EXP} en fonction de σ_{LDC} , alliage Al-4pds.%Cu

2.3.2 Extension du modèle au cas de la solidification

Un alliage Al-Cu en cours de solidification hors équilibre forme un solide dont la composition varie dans cet intervalle en fonction de la température. Pour expliciter le lien présent entre ces deux grandeurs, il suffit de poser l'équation de la ligne de solidus de l'alliage de composition initiale C_0 . L'hypothèse selon laquelle le liquidus et le solidus sont des droites permet d'avoir un coefficient de partage $k_0 = 0.17$ indépendant de la température, nous permettant d'écrire l'équation du solidus :

$$pds.\%Cu = k_0 C_0 \frac{T - T_f}{T_{liq} - T_f} \quad (2.9)$$

Où T est la température à l'instant considéré, T_f est la température de fusion du métal pur (ici l'aluminium), et T_{liq} est la température de liquidus de l'alliage de départ de composition C_0 . En combinant les équations 2.6 et 2.9 on obtient :

$$A_3 = 10^{25} (483.4 - 473.2 \tanh(0.8875 k_0 C_0 (\frac{T - T_f}{T_{liq} - T_f}))) \quad (2.10)$$

Nous pouvons écrire la loi régissant le comportement de la phase solide sur la ligne de solidus en combinant les équations 2.4 et 2.10 :

$$\dot{\epsilon} = 10^{25} (483.4 - 473.2 \tanh(0.8875 k_0 C_0 (\frac{T - T_f}{T_{liq} - T_f}))) \exp(-\frac{142.10^3}{RT}) \frac{Gb}{RT} (\frac{\sigma}{G})^5 \quad (2.11)$$

Cette loi permet donc d'obtenir le comportement d'une phase solide homogène en fonction de la température lors d'un essai mécanique en conditions isothermes ou anisothermes sur un matériau partiellement solidifié. Nous allons maintenant montrer que le phénomène de ségrégation, qui entraîne un gradient de composition dans les grains solides, influe grandement sur le comportement d'un matériau semi solide en cours de solidification.

Lorsque l'on veut connaître le comportement de la phase solide dans un alliage se trouvant à l'état semi-solide, il est courant de considérer que ce comportement est identique à celui de l'alliage solide. On ne tient donc pas compte du fait que la composition de cette phase solide est différente de celle de l'alliage, et qui plus est, dans les conditions de solidification hors d'équilibre ce solide ne présente pas une composition homogène. Nous allons montrer que l'approximation qui est alors faite conduit à une différence importante de comportement. Pour déterminer cette différence dans le cas général, il serait nécessaire de considérer un alliage en cours de solidification sous la forme d'un échantillon massif et d'évaluer cette différence de comportement grâce à une simulation numérique réalisée sur un volume élémentaire représentatif. Nous allons simplifier le problème en considérant la solidification unidirectionnelle d'un élément d'alliage. Cette solidification peut concerner un bras de dendrite ou un échantillon massif de petite dimension solidifié suivant une seule direction.

La figure 2.17 illustre la situation dans le cas d'une solidification à l'équilibre thermodynamique et dans le cas d'une solidification hors d'équilibre. On supposera que cette solidification obéit à l'équation de Scheil qui peut s'appliquer au cas d'un alliage Al-Cu pour lequel le coefficient de partage est constant et égal à 0.17. Nous considérerons le cas d'un échantillon d'alliage Al-4pds.%Cu soumis à une contrainte de traction (ou de compression) de $\sigma_0 = 3.7$ MPa à la température de solidus, soit 581 °C. Pour cette contrainte, la vitesse de déformation d'un échantillon homogène est de 10^{-4} s^{-1} . Lorsque l'échantillon se solidifie sans diffusion dans le solide et qu'il y a homogénéisation complète du liquide, la composition du solide varie de $k_0 C_0$ à C_0 lorsque la température varie de $T_L = 647$ °C à $T_S = 581$ °C. A chaque valeur de la concentration en Cu le long de l'échantillon correspond une vitesse de déformation donnée par la relation 2.11. La vitesse de déformation moyenne est alors obtenue par intégration et elle peut être comparée à celle de l'échantillon homogène.

Il est alors possible de connaître quelle serait la composition du solide homogène qui donnerait cette même vitesse de déformation pour la contrainte choisie : nous la noterons C_{seq} . Nous noterons par ailleurs dans ce chapitre C_0 la composition de l'alliage, et C_s la composition du solide suivant la loi de Scheil. Le calcul de C_{seq} permet d'introduire une loi simple lors de simulations numériques, représentant ainsi un gain de temps de calcul non négligeable, particulièrement pour un modèle 3D. Le calcul de cette composition équivalente de la phase solide d'un matériau en cours de solidification a été réalisé au

moyen du modèle simple en 1D précédemment décrit. La contrainte de référence σ_0 est utilisée comme donnée d'entrée dans l'équation 2.11.

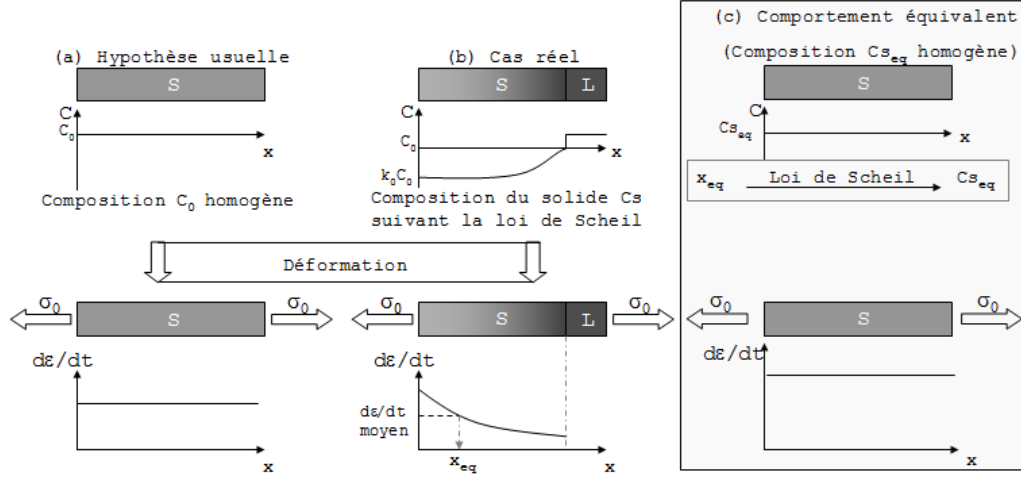


Figure 2.17 – Différentes étapes du cheminement de la détermination d'une composition équivalente par le calcul d'une vitesse de déformation moyenne dans un matériau à gradient de composition

Les valeurs de vitesses de déformation sont ensuite tracées sur un graphe $\dot{\epsilon} = f(Cs)$ (figure 2.18), obtenu en appliquant la loi de Scheil pour un alliage Al-4pds.%Cu en cours de solidification. La moyenne des $\dot{\epsilon}$ est calculée par une intégrale dans laquelle seul A_2 est une variable car on se place à la température de solidus de l'alliage de composition C_0 . La valeur obtenue pour $\dot{\epsilon}_{moyen}$ est reportée sur la courbe $\dot{\epsilon} = f(Cs)$ et la composition correspondant à cette vitesse de déformation est Cs_{eq} . Le calcul de l'intégrale est réalisé numériquement par la méthode des rectangles.

Le modèle présenté implique une dépendance de Cs en x . Il convient donc d'effectuer un changement de variable dans le calcul de la moyenne des vitesses de déformation. Nous partons de l'équation de Scheil appliquée au modèle :

$$Cs = k_0 C_0 \left(1 - \frac{x}{L}\right)^{k_0-1} \quad (2.12)$$

Où L est la longueur de l'échantillon modélisé.

Nous savons que la phase solide a une composition $Cs = k_0 C_0$ en $x = 0$, et qu'à la température de solidus, $Cs = C_0$. Il nous faut donc calculer le x_0 correspondant à cette composition à l'aide de l'équation 2.12.

$$\begin{aligned} C_0 &= k_0 C_0 \left(1 - \frac{x_0}{L}\right)^{k_0-1} \\ \Leftrightarrow x_0 &= L \left(1 - k_0^{1/(1-k_0)}\right) \end{aligned} \quad (2.13)$$

Pour plus de clarté dans les calculs, nous allons réécrire l'équation 2.4 à la température de solidus :

$$\dot{\epsilon} = A_2 \exp\left(-\frac{142.10^3}{RT_{sol}}\right) \frac{Gb}{RT_{sol}} \left(\frac{\sigma}{G}\right)^5 \quad (2.14)$$

Dans cette expression, seule A_2 est une variable dépendant de la composition.

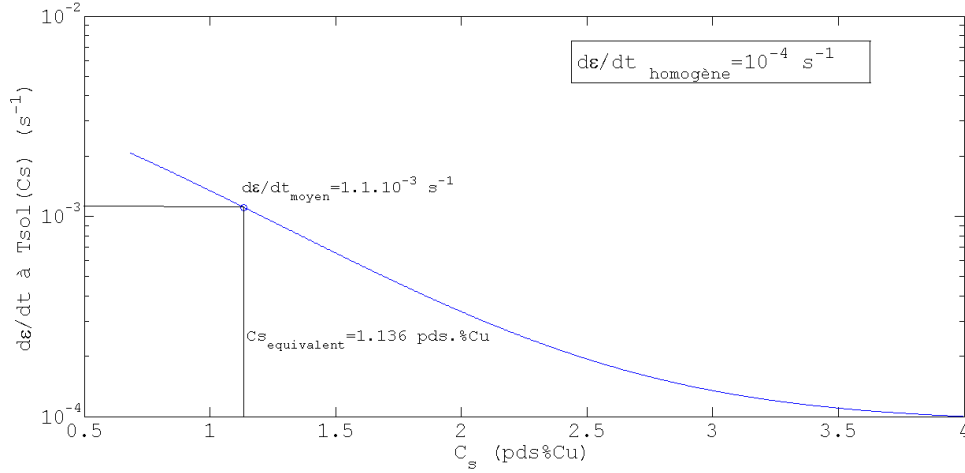


Figure 2.18 – Détermination de la composition équivalente par la vitesse de déformation moyenne pour $C_0 = 4$ pds.%Cu à la température $T_{sol}(C_0)$

L'influence de la contrainte de référence σ_0 sur le comportement du matériau se trouve sur la figure 2.19. La courbe tracée représente le rapport $\frac{\dot{\epsilon}(C_0)}{\dot{\epsilon}_{moyen}}$ en fonction de la contrainte de référence σ_0 imposée. Ainsi on peut observer quelle différence existe en termes de vitesses de déformation si l'on considère un solide de composition homogène ou pas lors de la déformation de l'échantillon modélisé. Le rapport des vitesses de déformation est constant quelle que soit la contrainte de référence et égal à $8.88.10^{-2}$. Ce rapport montre encore une fois que considérer un solide homogène pour traduire le comportement de la phase solide d'un milieu à l'état pâteux cause une grande erreur dans les calculs.

Dans le cas présenté sur la figure 2.18 d'un Al-4pds.%Cu, $\dot{\epsilon}_{moyen} = 1.1.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ à la température de solidus de l'alliage. Cela donne une composition équivalente de $C_{seq} = 1.136 \text{ pds.\%Cu}$. Cette valeur est différente de la valeur de la composition moyenne qui est de $C_{moyen} = 3.18 \text{ pds.\%Cu}$. La différence de comportement est notable entre des alliages Al-1.136pds.%Cu et Al-4pds.%Cu, il parait donc impératif de considérer la composition équivalente lors de la caractérisation du comportement mécanique d'un milieu semi solide. En effet, les vitesses de déformation ont environ un ordre de grandeur de différence à même contrainte selon la composition du solide choisie ($\dot{\epsilon}(C_0) = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\epsilon}(C_{seq}) = 1.1.10^{-3} \text{ s}^{-1}$).

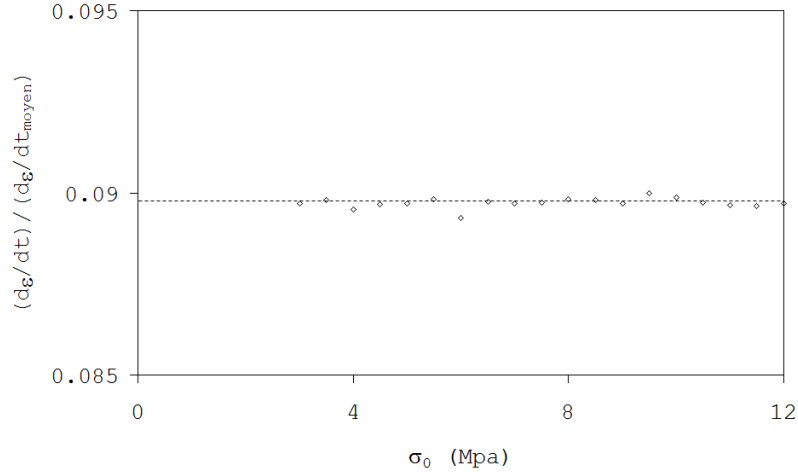


Figure 2.19 – Rapport de $\dot{\epsilon}$ constante obtenue pour une composition homogène $C_0 = 4$ pds%Cu et de $\dot{\epsilon}_{moyen}$

En appliquant ce calcul pour différents C_0 tels que $C_0 \in [0, 5.65 \text{ \%pds.Cu}]$ on obtient un tableau de valeurs de C_{seq} . Celles-ci sont tracées sur la figure 2.20 traduisant l'évolution de C_{seq} en fonction de C_0 . Les points calculés correspondent à une régression polynomiale d'ordre 2 dont l'équation est notée sur la figure 2.20 et est rappelée dans l'équation 2.15.

$$C_{seq} = -0.0123C_0^2 + 0.3318C_0 \quad (2.15)$$

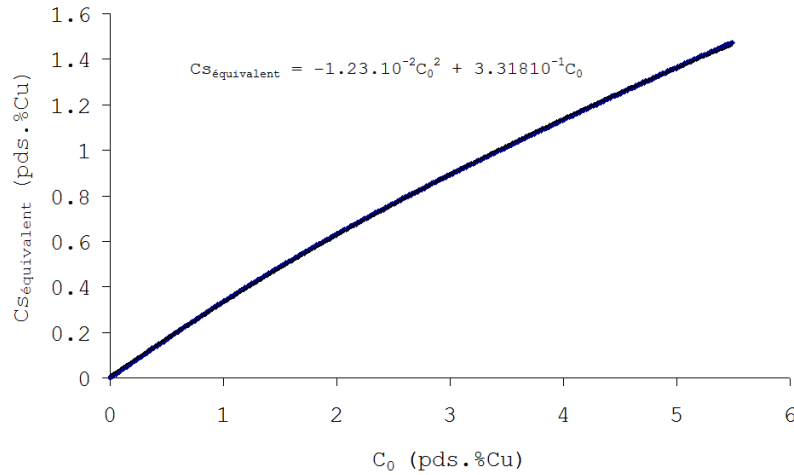


Figure 2.20 – Composition équivalente $C_{séquent}$ en fonction de la composition du liquide initial C_0

Cette relation permet de compléter l'équation 2.10 afin d'appliquer la loi de compor-

tement au cas de la solidification :

$$A_4 = 10^{25} (483.4 - 473.2 \tanh(0.8875 k_0 (-0.0123 C_0^2 + 0.3318 C_0) (\frac{T - T_f}{T_{liq} - T_f}))) \quad (2.16)$$

L'équation 2.16 nous permet d'obtenir la loi globale suivante :

$$\dot{\epsilon} = A_4 \exp(-\frac{142.10^3}{RT}) \frac{Gb}{RT} (\frac{\sigma}{G})^5 \quad (2.17)$$

Cette équation a été déterminée à partir du modèle 1D choisi. Pour l'étendre à une application en 3D, il est nécessaire de reconsidérer l'intégration sur le volume, et non sur une seule direction.

2.4 Conclusion

Nous avons déterminé dans ce chapitre une loi de comportement du solide valide sur la ligne de solidus pour de l'aluminium pur et des alliages à teneurs en cuivre allant jusqu'à 5.65 pds.%Cu, limite de solubilité du cuivre dans l'aluminium. Les résultats du modèle pour une composition homogène sont validés par les expériences et la littérature.

Cette loi est valable pour un alliage à l'état semi solide en refusion (équation 2.4) - donc avec une microstructure homogène en composition, ou en solidification (équation 2.17) - avec des grains présentant un gradient de composition suivant la loi de Scheil. La prise en compte d'une composition équivalente est une valeur ajoutée dans l'étude du milieu semi solide en cours de solidification. L'intérêt de cette loi réside dans le fait que la plupart du temps le comportement de la phase solide d'un alliage en cours de solidification est défini comme étant celui d'un solide homogène de teneur en cuivre égale à celle de l'alliage, or nous tenons ici compte de l'évolution de la composition du solide formé lors de la solidification. De plus, la simplicité de la relation liant C_0 à C_{seq} permettra de réduire drastiquement le temps de calcul lors de la modélisation de la déformation d'un alliage en cours de solidification. La prise en compte de la déformation d'une phase solide présentant un gradient de composition permet d'être plus précis et plus rapide dans les calculs de contraintes. Le modèle élaboré ici présente cependant des limites car il n'est pas valide pour un calcul en 3D sans adaptation préalable.

CHAPITRE 3

Fissuration à chaud

Objectifs

Nous avons vu dans le chapitre 1 que la microtomographie est un puissant moyen d'investigation dans le cadre de l'étude de la fissuration à chaud. Lors de cette thèse nous avons analysé au mieux des volumes 3D issus d'expériences de traction en refusion en conditions isothermes et de solidification. Tous les essais réalisés l'ont été sans interruption de la déformation lors de la prise d'image. Dans la suite de ce manuscrit, nous parlerons d'essais *in situ* continu ou discontinu. Cette nuance s'applique à l'acquisition des volumes qui comportera ou pas un temps de pause entre deux scans.

Lors de ces travaux de thèse nous avons également été amenés à utiliser la tomographie rapide afin d'acquérir des volumes dans un intervalle de temps réduit. Cette technique d'imagerie offre en outre la possibilité d'effectuer des prises d'images en continu. Pour mener ces expériences, nous avons tout d'abord élaboré les matériaux choisis, puis préparé les échantillons pour pouvoir mener des essais *in situ* discontinus. Nous présenterons dans ce chapitre les matériaux utilisés pour nos essais de traction *in situ* à l'état semi solide, puis le principe détaillé de la microtomographie synchrotron. Le dispositif de traction utilisé sera ensuite décrit, et la procédure de traitement des projections pour arriver à des images directement exploitables en noir et blanc sera présentée. Enfin, nous présenterons et discuterons les résultats obtenus grâce à la microtomographie.

3.1 Matériaux utilisés

Nous avons réalisé les essais de traction sur un alliage Al-8pds.%Cu. Le matériau de départ est un alliage Al-8wt.%Cu que nous avons refondu et coulé dans le moule décrit sur la figure 2.2 du chapitre 1 afin de faciliter l'usinage des échantillons et minimiser la perte de matière.

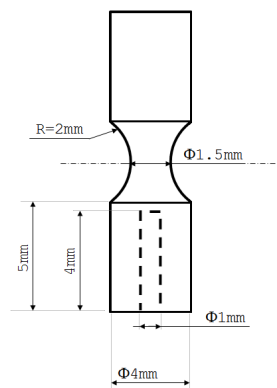


Figure 3.1 – Géométrie des échantillons utilisés pour le dispositif d'essais *in situ* discontinus

La structure obtenue est dendritique équiaxe et sera conservée comme telle pour les essais. Les échantillons ont la géométrie définie sur la figure 3.1. La réduction de section est usinée de manière à concentrer les déformations dans une zone qui sera toujours dans le champ de vision de la caméra. La fissuration à chaud sera visible à l'endroit où la section est la plus faible. Un trou borgne est prévu pour l'insertion d'un thermocouple au plus proche de la zone imagée, sans provoquer de localisation de déformation à son extrémité.

3.2 Techniques expérimentales

Dans cette section nous présenterons tout d'abord le principe de la microtomographie synchrotron par contraste d'absorption, puis le matériel et le dispositif utilisés pour obtenir le jeu de volumes analysé au cours de cette thèse.

3.2.1 Microtomographie synchrotron

La microtomographie synchrotron est un procédé d'imagerie en 3D permettant l'étude de matériaux massifs grâce à l'énergie et au flux de photons disponibles. Le schéma de principe est présenté sur la figure 3.2.

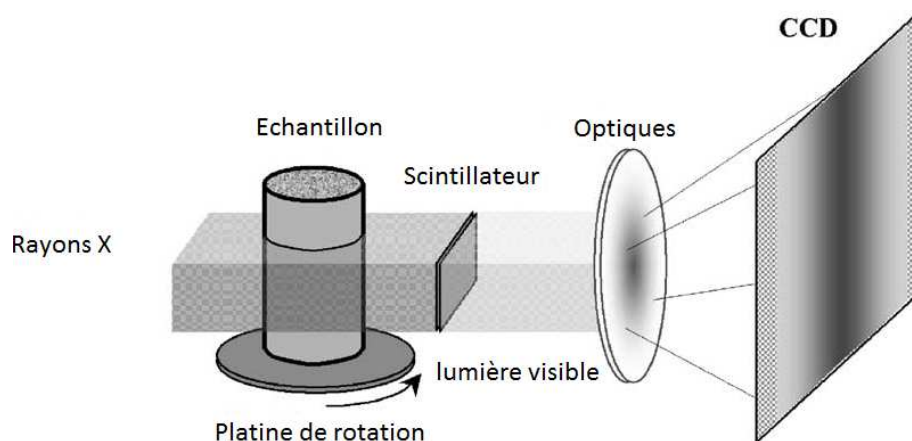


Figure 3.2 – Schéma de principe de la microtomographie

Le faisceau de photons X traverse l'échantillon puis un scintillateur. Celui-ci transforme ce faisceau en lumière visible qui passe par les optiques pour ensuite transmettre l'image sur la caméra. Cette image est donc une projection de l'échantillon dans le plan du scintillateur. Pour pouvoir reconstruire un volume 3D, il faut qu'une série de projections soit prise lors de la rotation de l'échantillon, 180 ° suffisent à décrire le volume complet. Dans notre cas, nous recherchons le contraste d'absorption existant entre les phases liquide, solide, et gazeuse. C'est pour cela que nous avons choisi le cuivre comme élément d'alliage : il est très absorbant comparé à l'aluminium. Il existe d'autres moyens de faire

de la microtomographie, notamment par contraste de phase si l'absorption du matériau est faible, ou encore par holotomographie [Boller et al., 2006].

Le nombre de projections influe sur le temps d'acquisition d'un volume - un scan, et surtout sur la qualité de celui-ci qui augmentera avec le nombre de projections. Le choix de ce nombre réside donc dans un compromis délicat entre le temps de scan et la qualité de l'image obtenue. Ces paramètres sont à choisir avant de pouvoir lancer une acquisition. De plus, il est essentiel de centrer l'échantillon pour pouvoir faire une tomographie. En effet seule la zone de l'échantillon vue par la caméra tout au long de la rotation pourra être reconstruite. Des platines de rotation et de translation sont nécessaires à cette opération demandant une précision de l'ordre du micromètre. Une fois que l'échantillon est centré, il est possible de lancer la procédure d'acquisition d'un ou plusieurs volume(s).

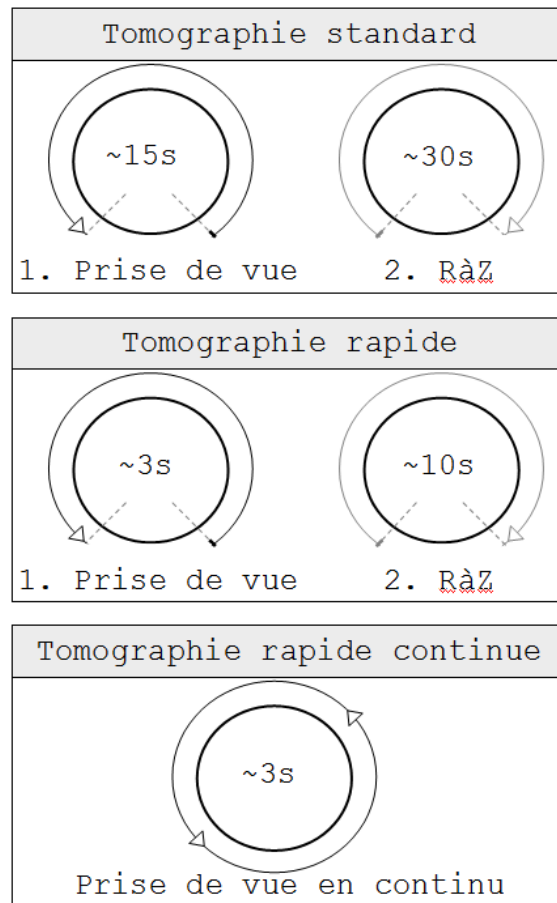


Figure 3.3 – Différents modes de fonctionnements de la tomographie

Un scan se décompose en plusieurs étapes afin d'acquérir toutes les images nécessaires à la reconstruction d'un volume 3D. Tout d'abord les "flat" sont acquis : ces images sont prises sans que l'échantillon soit dans le champ de vue. Cela donne une référence

d'absorption à blanc. Les "dark" sont ensuite pris : un jeu d'images est enregistré sans que le faisceau soit présent. Cela donne une référence de bruit propre à la caméra au moment du scan. Une fois ces références prises, l'acquisition des projections commence et la platine de rotation effectue 180° , puis revient à sa position initiale par une rotation en sens inverse.

La microtomographie synchrotron permet d'effectuer des scans rapides, conduisant à des contraintes sur les dispositifs *in situ*, notamment au point de vue encombrement. En effet, le débattement des platines de translation est limité, et donc l'échantillon doit être proche de sa position centrée lorsque le montage est effectué. Cela demande de la précision dans la conception du dispositif, qui doit s'adapter au matériel présent dans la ligne de lumière. De plus, nous allons chercher à placer le scintillateur au plus proche de l'échantillon afin de limiter le contraste de phase. Cela implique que rien ne doit dépasser du dispositif pour ne pas heurter la caméra ou le scintillateur lors de la rotation.

On distingue la tomographie standard de la tomographie rapide par le temps nécessaire à réaliser un scan. De plus il est possible d'acquérir des images en continu : c'est ce fonctionnement qui est le plus contraignant car il implique nécessairement une rotation continue de l'échantillon. Il arrive que la rotation continue soit nécessaire même en tomographie rapide avec un temps de pause entre les scans. En effet les moteurs sont précis et rapides mais ne peuvent pas accélérer et avoir une vitesse stable rapidement. Il faut donc effectuer un ou deux tours complets avant d'avoir la vitesse angulaire choisie pour l'acquisition des scans. Lors d'une éventuelle pause entre les scans, la rotation ne stoppe pas. Un schéma présentant ces différents modes de fonctionnement est proposé sur la figure 3.3. Nous allons maintenant décrire le montage que nous avons utilisé pour réaliser nos essais *in situ* de traction à l'état semi solide.

3.2.2 Présentation du dispositif d'essais *in situ*

Structure du dispositif

Le dispositif de traction est composé d'une embase en aluminium vissée sur une plaque d'adaptation qui est fixée sur la platine de translation-rotation. Un motoréducteur pas-à-pas est serré dans une bague de centrage positionnée sur un tube de polycarbonate de diamètre extérieur de 70 mm et d'épaisseur 10 mm réhaussant l'embase en aluminium. Ce dispositif prêté par l'INSA de Lyon (figure 3.4) est initialement prévu pour faire des essais à chaud *in situ* discontinus et peut développer 5 kN, ce qui représente un effort bien plus important que ceux observables lors d'essais de traction sur un échantillon à l'état semi solide. Le système de chauffage par induction a été modifié pour pouvoir réaliser ce type d'essais.

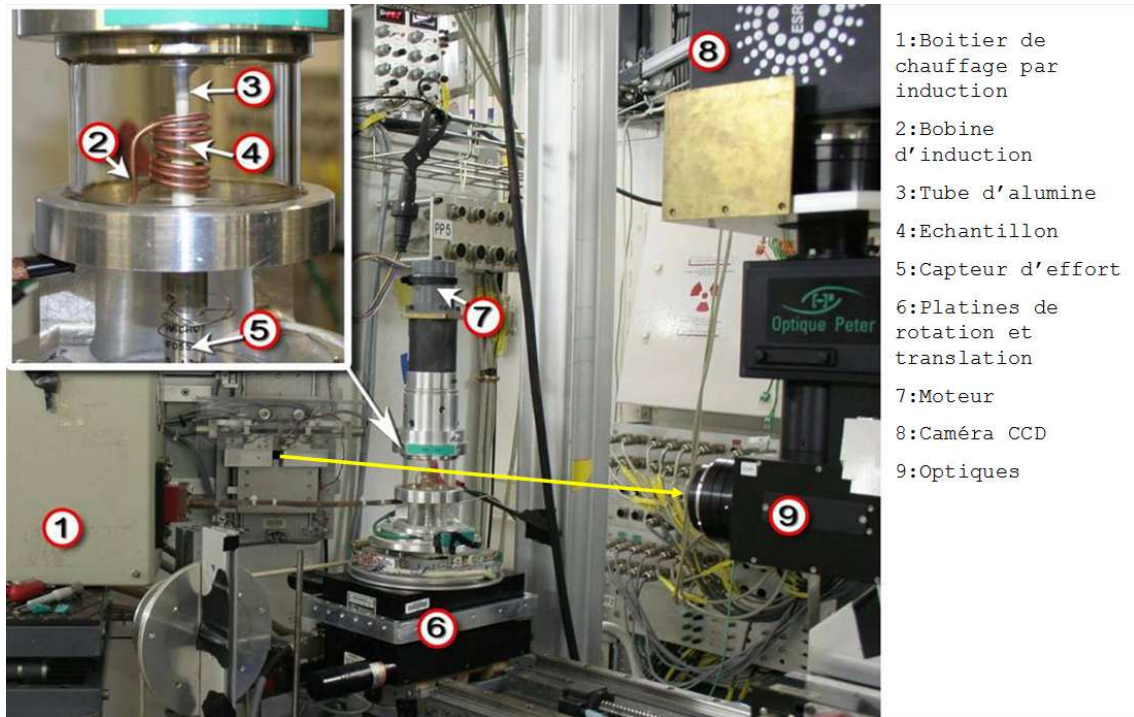


Figure 3.4 – Photographie du montage expérimental sur la ligne de lumière ID19, la flèche montre le trajet du faisceau de photons X

Par ailleurs, la présence de la bobine d'induction à l'intérieur de la structure tubulaire impose une rotation maximale correspondant à l'ouverture angulaire de la fenêtre dans l'embase, soit 210° . Cette particularité rend impossible les acquisitions en tomographie rapide. Des images obtenues avec ce dispositif se trouvent dans la référence [Terzi et al., 2009b].

La vitesse minimale de déplacement du mors supérieur pour ce dispositif est de $0.1 \mu\text{m.s}^{-1}$.

Montage des échantillons

L'échantillon est collé dans les tubes en alumine au moyen d'une colle céramique résistant aux températures d'essai. Les tubes en alumine sont eux-mêmes collés dans les mors en aluminium. Le mors supérieur est monté sur la vis de sortie du motoréducteur, et le mors inférieur est vissé sur un capteur d'effort installé sur la plaque d'adaptation. La figure 3.5 montre plus en détails le montage de l'échantillon et du bâti.

Le diamètre important du tube de polycarbonate impose de positionner le scintillateur à une distance de 90 mm de l'échantillon. Le fait que le scintillateur soit éloigné apporte un contraste de phase parasite qui vient s'ajouter au contraste d'absorption voulu. La présence de contraste de phase peut être néfaste dans certains cas.

Un autre inconvénient de ce système est que la conduction thermique par les tubes en alumine et les mors entraîne un échauffement trop important du capteur d'effort et du motoréducteur. Un système de refroidissement par air comprimé a été mis en place pour atténuer ce problème, cependant le refroidissement du capteur par ce moyen induit des turbulences de l'air à proximité de l'échantillon, entraînant quelques fois des problèmes de régulation de la température.

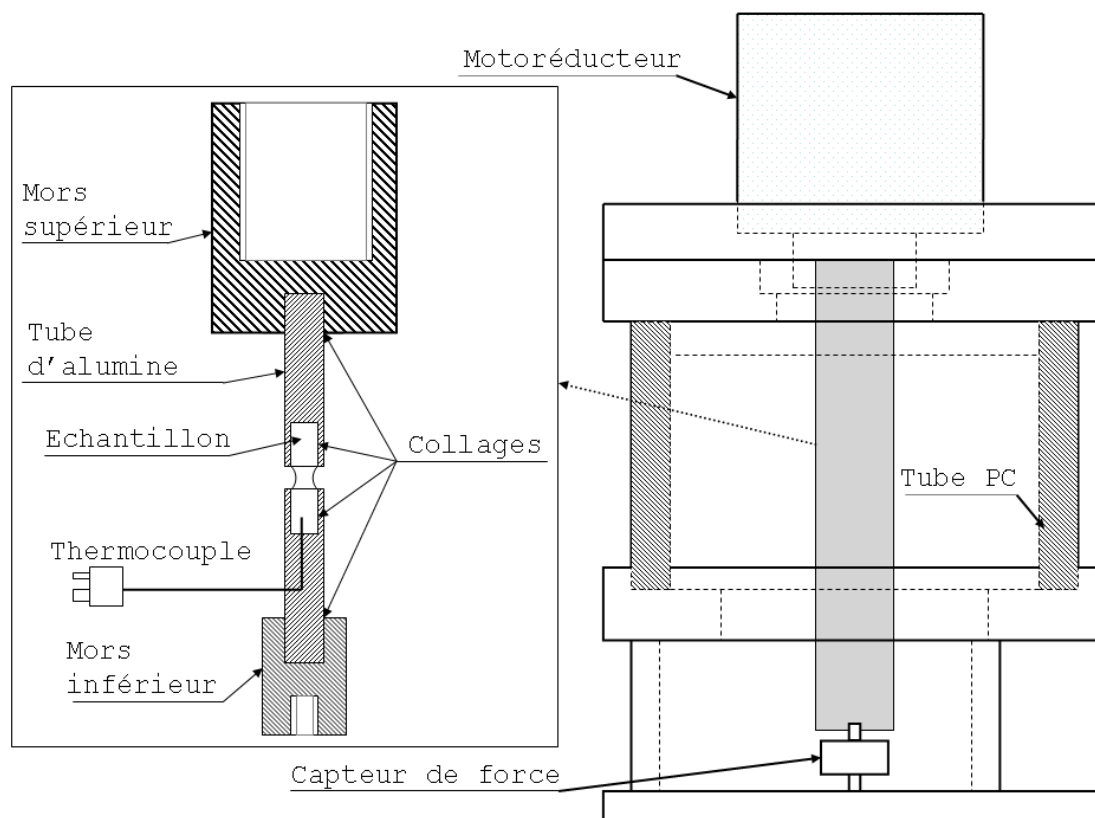


Figure 3.5 – Schéma du montage de l'échantillon dans le dispositif de traction *in situ* discontinue

Le montage de l'échantillon sur ce dispositif prévoit un capteur de force, qui s'est révélé peu utile pour nos essais. En effet celui-ci n'est pas assez précis pour pouvoir mesurer les efforts transmis par le matériau semi solide.

3.2.3 Essais *in situ* discontinus

Les essais *in situ* discontinus se sont déroulés selon le protocole suivant :

Premièrement l'échantillon est collé dans les tubes en alumine, puis dans le mors supérieur déjà solidarisé au motoréducteur. Le motoréducteur portant l'assemblage collé est ensuite placé sur la bague de centrage. Une fois le centrage manuel effectué, le mors

supérieur est descendu afin d'insérer le tube d'alumine dans le mors inférieur. Un joint de colle est réalisé pour finaliser la fixation de l'échantillon. Une fois le séchage de la colle terminé, la chauffe de l'échantillon est initiée. Le fait de réaliser des liaisons encastrement en tout point de fixation oblige à compenser la dilatation thermique de l'échantillon, des tubes en alumine, et des mors. Cette compensation est réalisée en appliquant un effort de traction de l'ordre de 2 N lorsque l'échantillon est encore solide afin d'être assuré de ne jamais le soumettre à un effort de compression.

Le chauffage est régulé par un boîtier PID et la température est mesurée par un thermocouple K. Une fois arrivé à la température d'essai, soit 555 °C, un maintien en température de 5 min est observé pour homogénéiser la température au sein de l'échantillon. Lors d'un essai en conditions isothermes la température est maintenue constante, et en conditions de solidification une vitesse de refroidissement de 0.25 K.min⁻¹ est imposée. Une tomographie est lancée pour confirmer l'homogénéité de la microstructure, puis la macro de prise de scans en série est lancée. Simultanément, le motoréducteur est commandé pour imposer une vitesse de traverse de 0.25 $\mu\text{m.s}^{-1}$.

La caméra FReLoN utilisée a un champ de vue de 512x512 px et les optiques sont de 1.4 μm , et en binning de 2.8 μm . Le nombre de projections a été défini à 600 pour un temps de scan de 13 s, et un scan est pris toutes les 32 s. Cette attente entre les acquisitions s'explique par le fait que les données d'un scan doivent être transférées de la caméra vers un espace de stockage externe, ainsi que par la remise à zéro simultanée des position des moteurs.

Les deux essais que nous allons présenter et analyser dans ces travaux de thèse ont été réalisés à la fin de l'année 2009. La figure 3.6 montre le récapitulatif des différents essais menés.

Sessions	06/2009	06/2009
Conditions	Isotherme	Solidification
Binning	oui (2x2)	oui (2x2)
Caméra	FReLoN	FReLoN
Champ de vue (px)	512x512	512x512
Optiques (μm)	1.4	1.4
Temps de scan (s)	13	13
Temps entre scans (s)	32	32
Vitesse de déplacement ($\mu\text{m.s}^{-1}$)	0.25	0.25
Vitesse de refroidissement (solidification) (K.min ⁻¹)	-	0.25

Figure 3.6 – Récapitulatif des caractéristiques des essais en tomographie standard

La caméra FReLoN a un champ de vue de 2048x2048 px. L'utilisation en mode *FTM*

permet de laisser deux bandes de 512 px libres en haut et en bas de l'image. De plus, la ROI est définie à 1024x1024 px, ce qui suffit à observer la totalité de la zone utile. Le mode binning est aussi activé, ce qui permet de réduire la taille des images en diminuant la résolution numériquement. Le mode binning revient à ajouter les intensités de 8 voxels voisins et l'attribuer à un seul voxel dont le coté sera multiplié par 2. Cette opération permet de réduire le temps d'exposition pour chaque projection mais diminue la résolution spatiale d'un facteur 2. L'image acquise est ensuite transférée vers les deux bandes d'écran libres puis sur l'espace de stockage, ce qui permet de faire des acquisitions plus rapides. La figure 3.7 illustre le fonctionnement de la caméra en mode FTM.

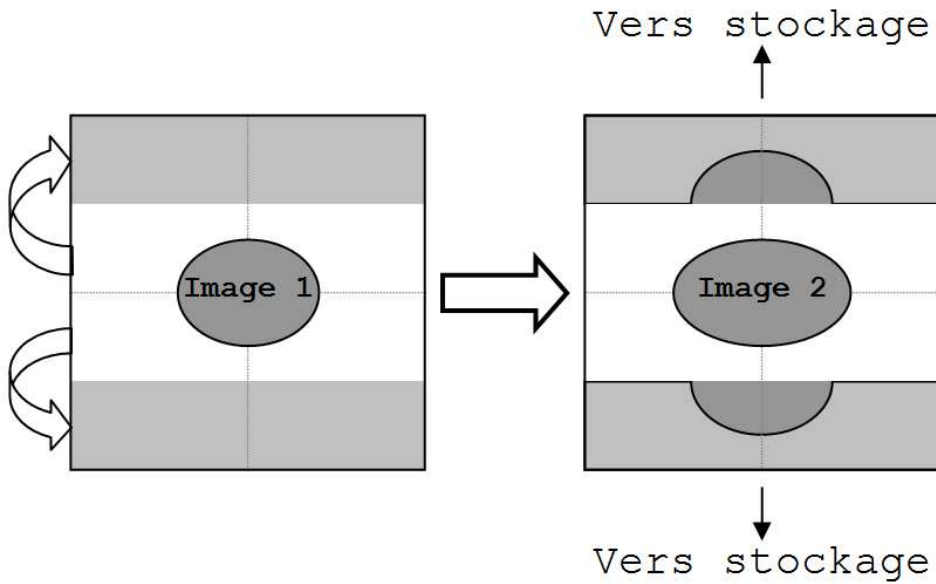


Figure 3.7 – Fonctionnement de la caméra FReLoN en mode FTM

3.3 Traitement d'images

3.3.1 Reconstruction des volumes

Nous avons vu dans la section 3.2.1 le principe de la microtomographie synchrotron, ainsi que deux dispositifs expérimentaux permettant de réaliser des essais de traction *in situ* à l'état semi solide. Les projections acquises durant un scan sont stockées sur la caméra avant d'être transférées vers un espace de travail dans lequel des macros de traitement d'images sont implémentées.

La première étape du traitement des projections est d'en faire un volume 3D. Pour cela il faut les corriger par les darks et les flats de manière à obtenir des contrastes uniquement dus aux différences d'absorption des phases composant l'échantillon. L'axe de rotation de l'échantillon est ensuite déterminé pour permettre à un calculateur d'effectuer

la reconstruction du volume 3D. Une position erronée de l'axe de rotation crée des étoiles à trois branches en lieu et place d'un point. C'est un artefact à éviter absolument pour permettre l'exploitation d'un volume reconstruit. Une fois que cette opération est réalisée, le volume se présente sous la forme d'un ensemble de sections de l'échantillon dans des plans perpendiculaires à l'axe de rotation.

3.3.2 Formatage et recalage des volumes

Un volume brut prenant énormément de mémoire pour être stocké, il est usuel d'en changer le format et cibler les informations utiles pour réduire la durée des calculs. En effet au départ les images sont codées en 32 bits et tout le champ de vue est enregistré. Il est possible d'améliorer les paramètres de brillance et contraste pour ensuite passer à une image au format 8 bit. Cette opération entraîne un rééchelonnement des niveaux de gris au sein des images et divise par 4 le volume de mémoire occupé. Ces images en 8 bit vont ensuite subir quelques opérations avant d'être exploitables. Le lecteur pourra se reporter à la figure 3.8 pour suivre le cheminement en images. Par ailleurs, la procédure et les macros et plugins utilisés pour le traitement des volumes sont décrits plus en détails dans l'annexe 1.

La première chose à noter lors d'un essai de traction *in situ* est que l'échantillon bouge tout au long de l'essai et qu'il n'est pas possible de le recentrer pendant ce temps, sous peine de perdre le suivi de l'évolution de la microstructure quelques minutes. Ce mouvement se traduit par un décalage progressif de l'échantillon sur les images. Il arrive que l'échantillon sorte quasiment du champ de vue, auquel cas l'exploitation de l'essai est fortement compromise. Un recalage des volumes entre eux est donc nécessaire, bien que ce procédé entraîne une perte d'information. Les volumes recalés sont ensuite recadrés afin d'obtenir le plus grand volume exploitable dans l'échantillon.

3.3.3 Binarisation des volumes

Pour extraire des données des volumes, il faut binariser les images. Ce procédé consiste à isoler une phase des autres en la mettant en blanc sur fond noir ou inversement. Cela nécessite de pouvoir seuiller les images, c'est-à-dire isoler au mieux les phases en présence. C'est dans cette étape délicate que le contraste de phase est problématique. En effet seuiller des pores (en gris foncé sur la figure 3.8) ayant un bord présentant un halo blanc plus ou moins important et parfois des étoiles blanches demande des opérations plus complexes que lorsque l'image est propre.

D'autre part la prise d'image discontinue nécessite de pouvoir faire des scans suffisamment rapides pour que l'échantillon ne se déplace pas trop durant l'essai. En effet pour voir une arête, deux pixels sont nécessaires, mais si un élément de l'échantillon bouge de

plus d'un pixel, alors l'image sera floue à cet endroit puisqu'il y aura virtuellement deux arêtes. Cette rapidité d'acquisition impose une vitesse de rotation importante et donc un nombre limité de projections (dépendant lui même du temps de pose). Le compromis évoqué dans la section 3.2.1 entre nombre de projections et netteté de l'image réside dans le fait qu'à vitesse angulaire égale, plus on se place loin de l'axe de rotation, plus les éléments présents se déplacent vite. Dans notre cas, la région centrale est nette mais la périphérie de l'échantillon est légèrement dégradée.

Pour pouvoir seuiller proprement, il est souvent utile de lisser le profil des niveaux de gris. Pour cela on peut utiliser un filtre généralement médian en 3D. Cela permet d'évincer tous les pixels dont la valeur est marginale par rapport à celles des voisins immédiats. Ce filtre est efficace mais diminue la netteté des images, il est donc à utiliser avec précaution. Isoler les phases en présence grâce au seuillage des images est un procédé qui va nous permettre d'étudier sélectivement les pores, le liquide, ou le solide. Cela mène à l'obtention de données qualitatives et quantitatives.

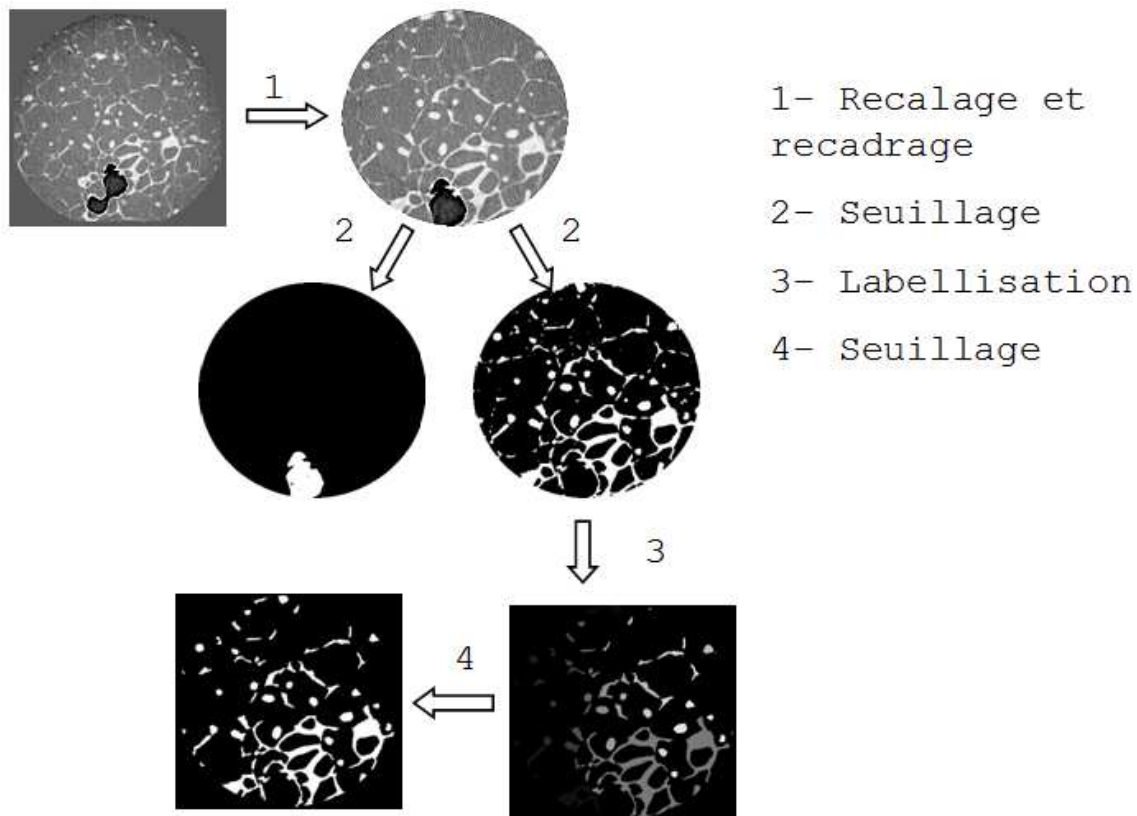


Figure 3.8 – *Traitement des projections jusqu'à l'image binarisée*

D'un point de vue qualitatif il est possible d'observer la morphologie des pores, un enrichissement en liquide ou autres aperçus globaux de l'évolution de la microstructure de

l'échantillon. D'un autre côté il est possible de quantifier la taille des canaux de liquide, ainsi que la fraction volumique qu'ils occupent. De même nous pouvons quantifier la taille des pores, leur nombre et la fraction volumique qu'ils occupent. Les données ont été extraites des images par le logiciel ImageJ pour lequel nous avons spécifiquement adapté et créé des plug-ins et des macros qui sont décrits en annexe 1.

Bilan partiel

Nous avons présenté dans cette section le principe de la microtomographie synchrotron et les contraintes techniques que ce procédé d'imagerie implique. Nous avons de plus décrit le dispositif utilisé pour réaliser des essais de traction *in situ* à l'état semi solide ainsi que le matériau étudié et la géométrie des échantillons observés.

Cette section nous a également permis de présenter les étapes préliminaires à l'exploitation des essais. L'extraction des données contenues dans ces volumes binarisés est une étape importante du traitement de l'image, particulièrement si l'on veut obtenir des données quantitatives, auquel cas une grande précision est nécessaire dans le seuillage des différentes phases. La taille des canaux de liquide, les fractions volumiques de liquide et de solide, le nombre de pores, ainsi que le volume des plus grands pores sont des grandeurs que nous avons choisies de suivre au cours des essais. La section suivante sera consacrée à la présentation et l'analyse des résultats obtenus.

3.4 Présentation et analyse des résultats

Dans ce chapitre nous allons présenter les résultats obtenus à partir de volumes de tomographie *in situ* discontinue. L'exploitation de ces volumes nous a permis d'extraire des courbes traduisant quantitativement l'évolution des fractions de liquide et de pores. Nous nous sommes également intéressés à l'évolution de la morphologie des porosités, à savoir si l'augmentation de la fraction de pores se produit principalement par germination ou par propagation.

Nous présenterons dans un premier temps les résultats relatifs à un essai en conditions isothermes, puis ceux obtenus au moyen d'un essai en conditions de solidification. Ces deux essais ont été réalisés sur un alliage Al-8pds.%Cu. Une discussion sera ouverte à la fin de ce chapitre afin de comparer les différences de modes de fissuration observés dans le cas de la traction en conditions isothermes ou de solidification. Des expériences du même type que celles présentées ici ont été publiées par Terzi et al. [Terzi et al., 2009b] dans des conditions isothermes. Nous avons tenté de les reproduire dans des conditions de solidifications à partir d'une structure de refusion. Les changements de microstructure étant particulièrement rapides lors d'une déformation en solidification, ce type d'essai est

plus complexe à mettre en œuvre qu'en conditions isothermes.

Dans ce chapitre, les grandeurs indicées "ti" seront relatives à l'essai de traction en conditions isothermes, et "ts" en conditions de solidification. Les conditions expérimentales pour ces essais sont rappelées sur la figure 3.9.

Essai	ti	ts
Optiques (μm)	1.4	1.4
Binning	oui (2x2)	oui (2x2)
Champ de vue	512x512	512x512
Temps de scan	13 s	13 s
Temps entre scans	32 s	32 s
Température de début d'essai	$\simeq 555\text{ }^{\circ}\text{C}$	$\simeq 555\text{ }^{\circ}\text{C}$
Nombre de projections	600	600
Vitesse de traverse $\mu\text{m.s}^{-1}$	0.25	0.25
Vitesse de refroidissement	-	$0.25\text{ }^{\circ}\text{C.min}^{-1}$

Figure 3.9 – Conditions expérimentales pour les deux types d'essais

Dans ce chapitre nous parlerons de voxel (volume element) plutôt que de pixel lorsque l'on parlera de volumes.

3.4.1 Conditions isothermes

Nous avons vu dans le chapitre précédent qu'il est possible d'isoler les phases en présence grâce au seuillage des images. Avec ce procédé, nous pouvons étudier sélectivement les pores, le liquide, ou le solide. L'essai en conditions isothermes présente une discontinuité temporelle dans l'exploitation des volumes qui est due à la mauvaise qualité de certains scans. Le temps $t_0 = 656\text{ s}$ correspond au début d'une série de scans consécutifs et sera indiqué par un segment vertical en pointillés sur les courbes de suivi temporel d'une grandeur.

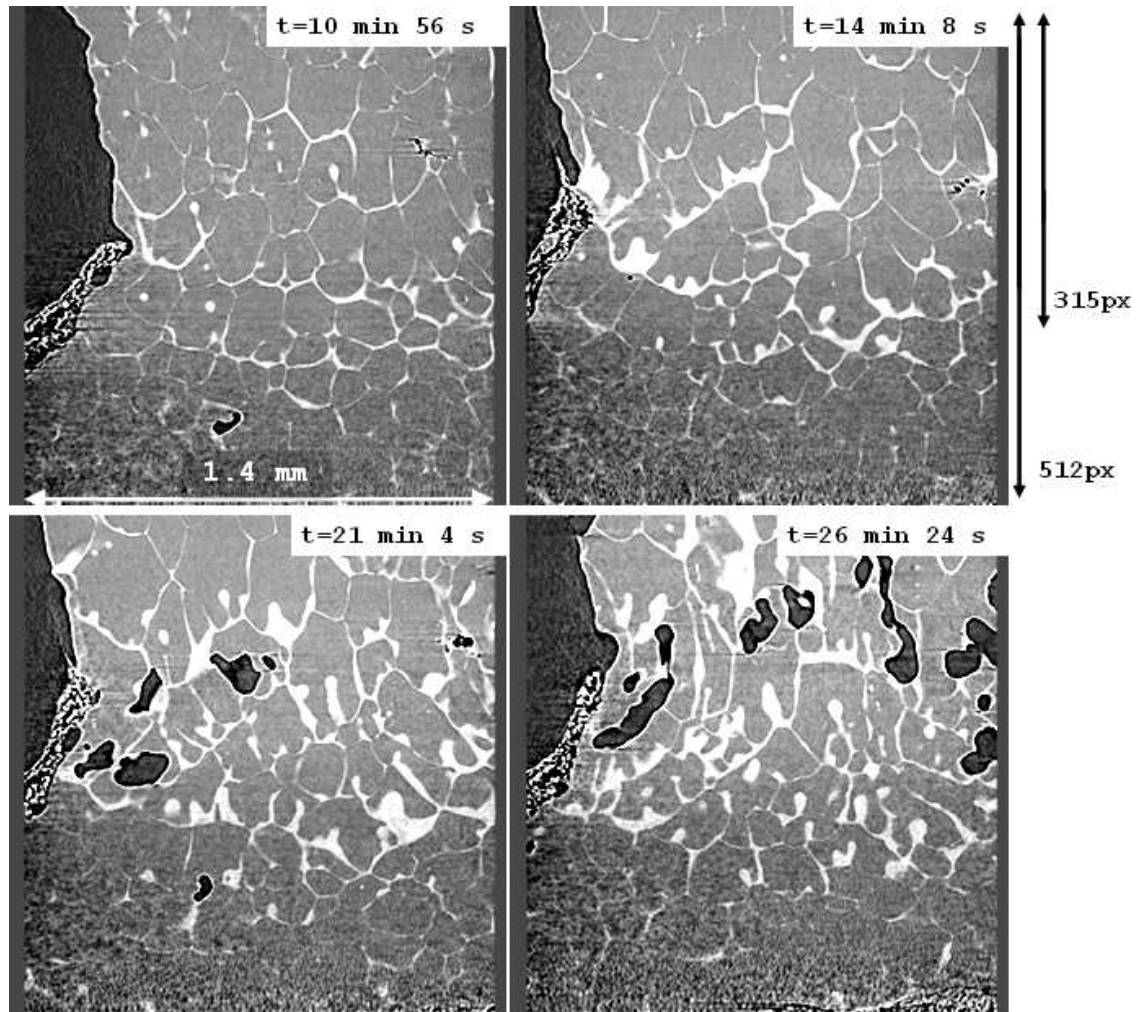


Figure 3.10 – Evolution de la microstructure de l'échantillon au cours de l'essai

De manière qualitative, on observe un enrichissement en liquide dans la zone où la fissuration va se produire (figure 3.10), nous avons donc choisi de commencer notre étude par la quantification de ce phénomène. Dans ce cas d'essai en conditions isothermes, nous pouvons noter que l'enrichissement en liquide est progressif. Des pores germent dans les poches de liquides qui se sont formées lors de la déformation, ce qui est en accord avec les expériences de Terzi [Terzi et al., 2009b]. La zone de fissuration est étendue en hauteur et nous pouvons noter ici qu'à 26 min 24 s, soit 7 minutes après la formation des premiers pores, la rupture de l'échantillon n'est pas constatée. Nous allons maintenant présenter les résultats obtenus sur les images segmentées.

3.4.1.1 Fraction volumique de liquide

La première étape est de quantifier la fraction volumique de liquide au cours du temps. Pour cela nous utilisons les scans avec uniquement le liquide seuillé pour calculer le nombre de voxels blancs à l'intérieur du volume défini, soit un cylindre à base elliptique de dimensions connues (voir figure 3.11) que l'on appellera volume échantillonné. Ce nombre est rapporté au nombre de voxels total du volume échantillonné. La courbe obtenue est présentée sur la figure 3.12.

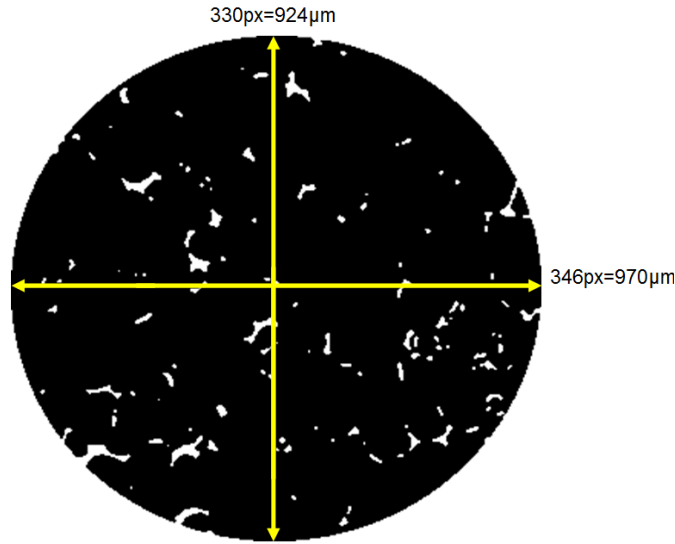


Figure 3.11 – Dimensions de la section du volume échantillonné pour l'essai en conditions isothermes

La fraction volumique de liquide est au départ très inférieure celle d'équilibre qui est de $f_{Leq} = 0.119$. Ceci peut s'expliquer par le fait que la température lue au thermocouple n'est pas nécessairement celle au sein de la zone utile car la mesure est réalisée à quelques millimètres du volume imagé. De plus le liquide est majoritairement distribué en films minces en début d'essai, qui sont pour la plupart invisibles sur les images en raison de leur faible épaisseur et de la résolution insuffisante. En effet, la caméra est utilisée en mode FTM en binning (optique $1.4 \times 2 = 2.8 \mu\text{m}$), et donc la résolution est de $5.6 \mu\text{m}$, ce qui est bien supérieur à l'épaisseur de la plupart des films liquides en début d'essai (environ $3.5 \mu\text{m}$ d'épaisseur au maximum [Fallet et al., 2006]).

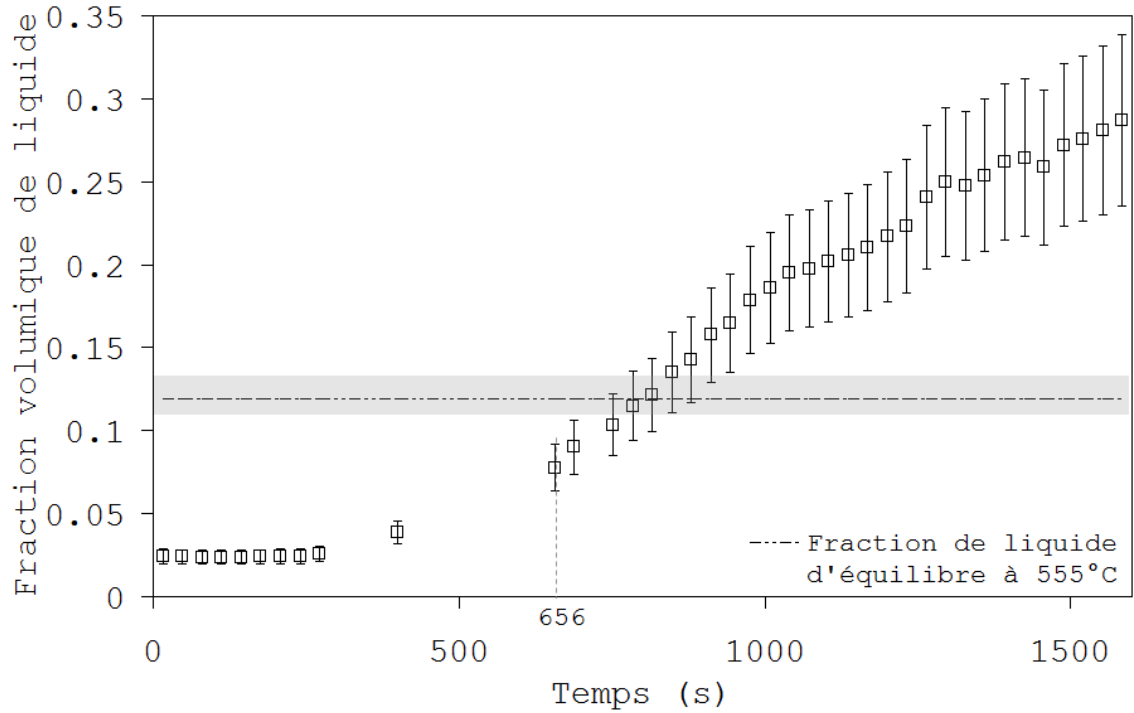
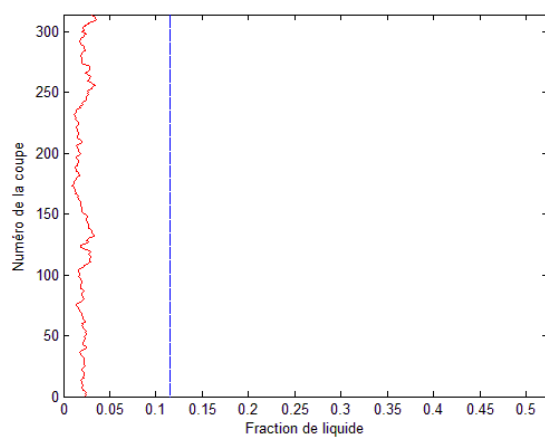


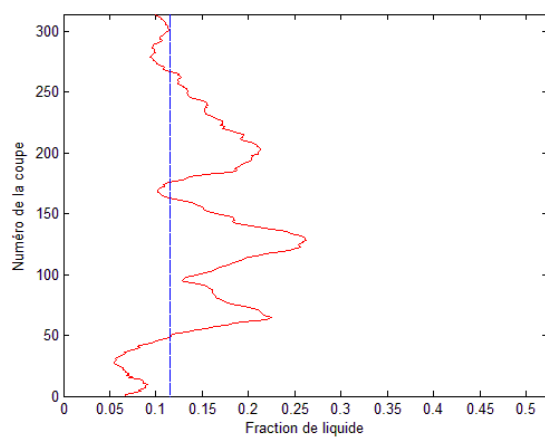
Figure 3.12 – Evolution de la fraction volumique de liquide en fonction du temps lors de l'essai en conditions isothermes, la bande gris montre l'erreur sur la fraction d'équilibre à $\pm 1^\circ\text{C}$

De plus le seuillage entraine toujours une perte d'information que l'on essaie de minimiser. Cette fraction augmente au cours du temps et dépasse largement la fraction de liquide d'équilibre. Cela peut s'expliquer par le fait que nous ne voyons qu'une partie de l'échantillon. En effet, le liquide peut affluer de l'extérieur du volume échantillonné, ce qui accroît la fraction de liquide totale calculée. De plus, l'enrichissement en liquide entraine un épaissement des films de liquide. La résolution spatiale de $5.6\ \mu\text{m}$ ne permet pas l'observation des films les plus fins en début d'essai, cependant l'enrichissement en liquide permet de les prendre en compte lorsque leur taille est suffisante.

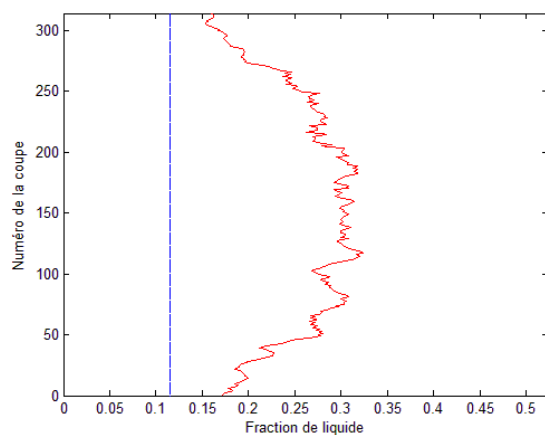
Pour cela nous avons calculé la fraction de liquide dans chaque tranche perpendiculaire à la direction de traction et l'avons reportée sur un graphique. La figure 3.13 montre l'évolution du profil de la fraction de liquide au sein du volume échantillonné en fonction du temps. Le bas du volume échantillonné correspond à la couche n°0. Chaque couche fait $2.8\ \mu\text{m}$ d'épaisseur.



(a) $t=0$ s



(b) $t=15$ min 44 s (944 s)



(c) $t=26$ min 24 s (1584 s)

Figure 3.13 – Evolution du profil de fraction de liquide en trois moments de l'essai. La droite verticale représente la fraction de liquide à l'équilibre

Ces courbes mettent en évidence trois pics de fraction de liquide qui se dessinent à $t=15 \text{ min } 44 \text{ s}$ (944 s) (figure 3.13(b)). Ces pics sont distants d'une longueur équivalente à la taille des grains solides. En fin d'essai, la fraction de liquide est nettement supérieure à celle d'équilibre dans le centre du volume échantillonné, comme nous l'avons observé sur la figure 3.10. Ces résultats sont en accord avec ceux observés par Terzi [Terzi et al., 2009b] qui avait quantifié un enrichissement local dans des couches sélectionnées.

L'enrichissement en liquide est donc un phénomène visible et quantifiable. Outre ce fait, nous pouvons nous intéresser à la taille des canaux de liquide durant l'essai. Puisque l'apparition de pores est souvent reliée à un manque d'alimentation en liquide, il est intéressant de quantifier la distribution de tailles des canaux liquides qui gouvernent l'écoulement. La résolution de $5.6 \mu\text{m}$ (caméra en mode FTM taille de pixel de $2.8 \mu\text{m}$ en mode binning) utilisée est bien supérieure à la taille des canaux de liquide étroits, ce qui engendre une imprécision dans la quantification des distribution dans les faibles diamètres de canaux.

3.4.1.2 Taille des canaux de liquide

Le volume échantillonné pour l'essai en conditions isothermes a pour dimensions $969 \times 882 \times 924 \mu\text{m}^3$. Pour définir une taille de canal nous utilisons un plugin de granulométrie 3D dont le fonctionnement est expliqué dans l'annexe 1. La taille d'éléments dont nous allons parler dans la suite du manuscrit peut être définie comme l'illustre la figure 3.14. Cette description ne rends pas compte du processus de granulométrie mais donne une signification physique aux valeurs présentées.

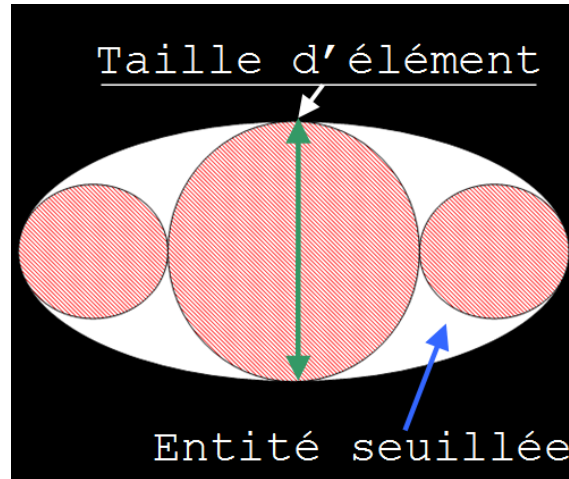


Figure 3.14 – Illustration de la définition de la taille des éléments de granulométrie 3D

Les données issues de ce traitement sont tracées sur la figure 3.15. Les courbes montrent deux distributions stables de tailles de canaux pendant l'essai ainsi qu'une rapide transition entre ces deux intervalles de temps. En effet nous avons constaté que les distributions de

tailles varient peu pendant certaines périodes de l'essai, que nous appellerons "stades" dans la suite du manuscrit. Au début de l'essai, les canaux ont une distribution de tailles étroite et stable, puis il y a une période de transition vers une autre distribution de tailles stable au cours de l'essai (figure 3.15).

Nous avons effectué une déconvolution en trois pics de ces courbes afin de suivre la position de chacun (figure 3.16). Cela nous permet d'être plus précis sur les tailles d'éléments indiquées. Ainsi, le premier stade stable est défini entre 0 s et 6 min 40 s (400 s). Deux tailles de canaux privilégiées se distinguent alors à 5.6 et 11.2 μm . Le premier pic est une conséquence de notre faible résolution car il est probable qu'il y ait des canaux plus petits dans notre volume. Le second quant à lui est probablement justifié par la présence de poches de liquide aux joints triples, ainsi que des canaux qui sont déjà conséquents.

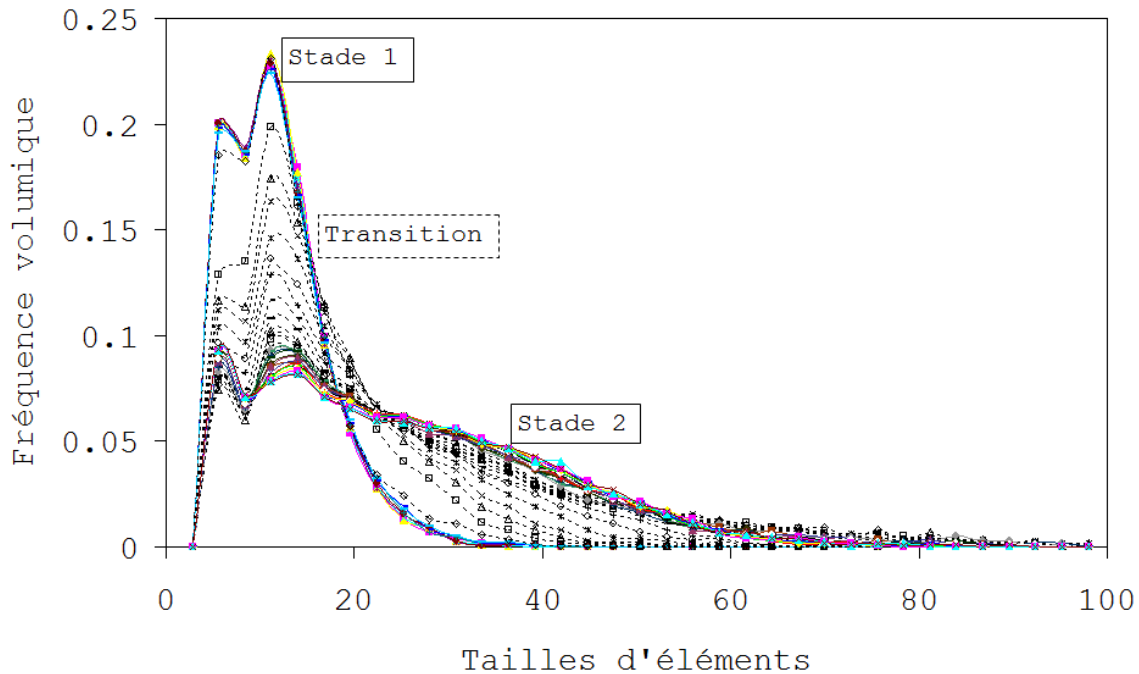


Figure 3.15 – Evolution de la taille des canaux de liquide au cours du temps lors de l'essai en conditions isothermes

Un troisième pic de faible intensité est également présent à 14 μm et peut aussi s'expliquer par la présence de poches de liquide aux joints triples. La localisation de la déformation n'est alors pas très prononcée et les films de liquide jusqu'alors invisibles peuvent être observables, ce qui fait augmenter la fréquence volumique des petits éléments. Lorsque l'enrichissement en liquide dû à la localisation de la déformation intervient, une transition entre le premier et le second stade commence. Cette transition traduit un enrichissement local en liquide.

Le second stade est atteint à 12 min 32 s (752 s) et se maintient jusqu'à la fin de

l'essai (1676 s). La taille des canaux est stabilisée et l'on observe trois pics à 6, 13, et à 30 μm dénotant une légère prédominance de cette taille de canal qui se justifie par l'enrichissement en liquide que nous avons pu observer précédemment. Les pics sont plus larges qu'à l'état initial, traduisant une distribution de tailles de canaux plus étendue. De plus, l'importante largeur du troisième pic montre que les grand canaux n'ont pas de taille prépondérante lors de la déformation.

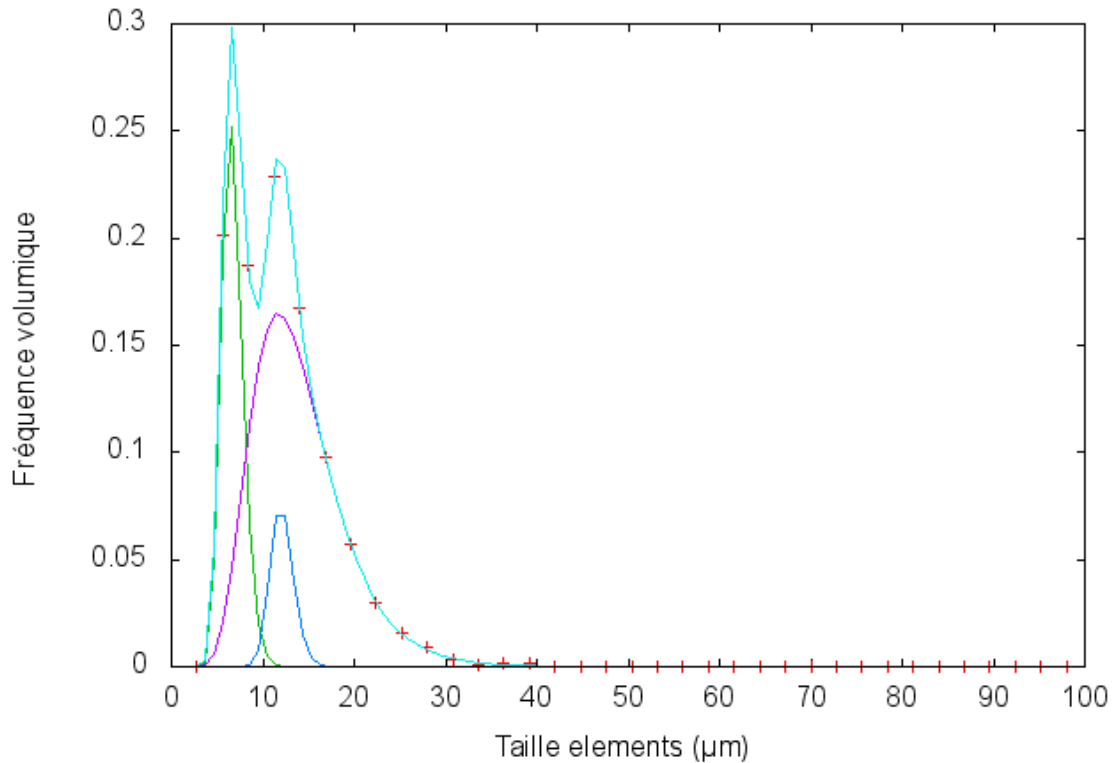


Figure 3.16 – Déconvolution de la courbe de granulométrie en trois pics distincts à $t=4$ min (240 s)

Afin d'avoir une idée sur l'évolution de la taille des plus grands canaux, la position du troisième pic a été tracée en fonction du temps. La figure 3.17 montre donc l'évolution de ce pic qui correspond aux plus grandes épaisseurs de films. Nous voyons sur ce graphe que la taille des plus grands canaux reste a priori constante jusqu'à 10 min 56 s (656 s), puis augmente jusqu'au début de la fissuration. La formation de pores stabilise la taille des canaux de liquide, ce qui est cohérent puisque la germination intervient dans les zone de fortes déformations locales. Lorsque les pores ne se propagent ou ne germent plus, la taille des canaux de liquide augmente à nouveau à partir de 17 min 20 s (1040 s), puis des pores se forment à nouveau à 18 min 56 s (1136 s) et la taille des canaux stagne jusqu'à la fin de l'essai. Cela pourrait s'expliquer par le fait que le liquide qui se trouvait en lieu et place de la porosité nouvellement formée a été évacué vers d'autres zones de localisation

de déformation, comme nous le verrons dans la section 2.3.

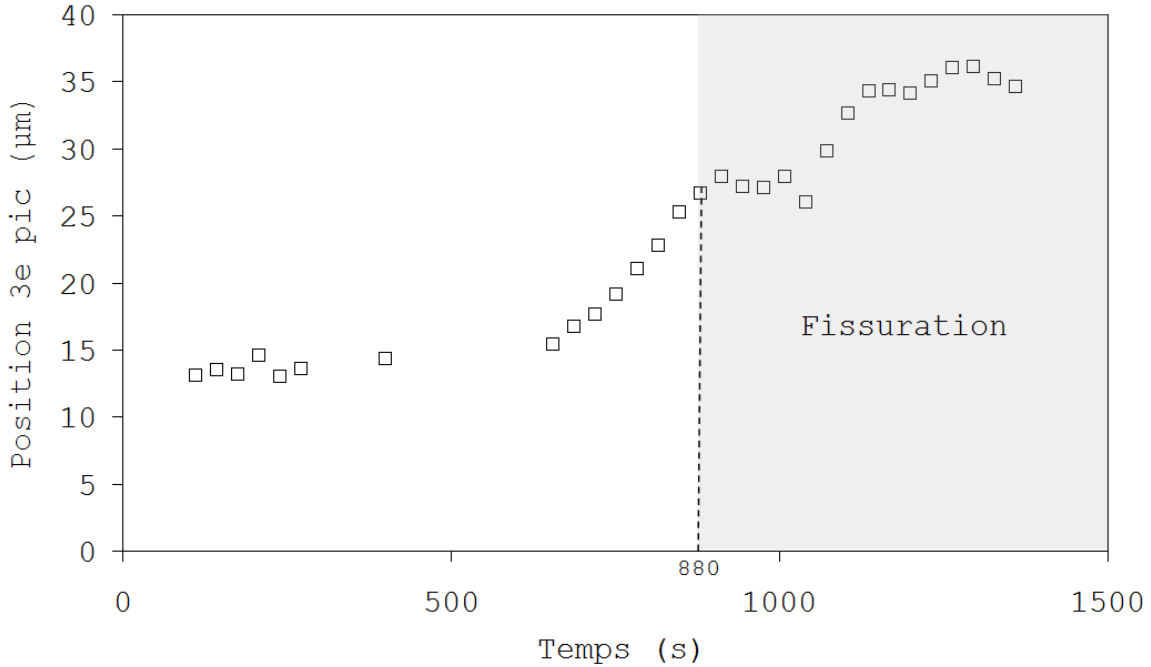


Figure 3.17 – Evolution de la position du troisième pic de granulométrie en fonction du temps

3.4.1.3 Fraction volumique de pores

La détermination de la fraction volumique de pores suit le même principe que pour le liquide, la différence étant que l'on utilise des volumes dans lesquels seuls les pores sont seuillés. Afin d'ôter la plupart des entités générées par du bruit ou du contraste de phase, nous avons rejeté toute porosité dont la taille est inférieure à 100 voxels. La fraction volumique de pores contenue dans le volume échantillonné varie au cours du temps, comme le montre la figure 3.18. La fraction volumique de pores reste stable et proche de 0 jusqu'à la formation des premiers pores à 14 min 40 s (880 s), puis augmente jusqu'à la fin de l'essai. En effet on peut observer des ruptures de pente correspondant à la germination d'un pore ou à une propagation soudaine. Des visualisations 3D ont été réalisées pour mieux observer l'apparition des pores en suivant cette courbe ponctuée de lettres se référant aux images correspondantes de la figure 3.19. Dans le cas isotherme, on observe une germination limitée de pores et l'on voit leur volume augmenter tout au long de l'essai selon un réseau qui apparaît connecté sur les images en 3D.

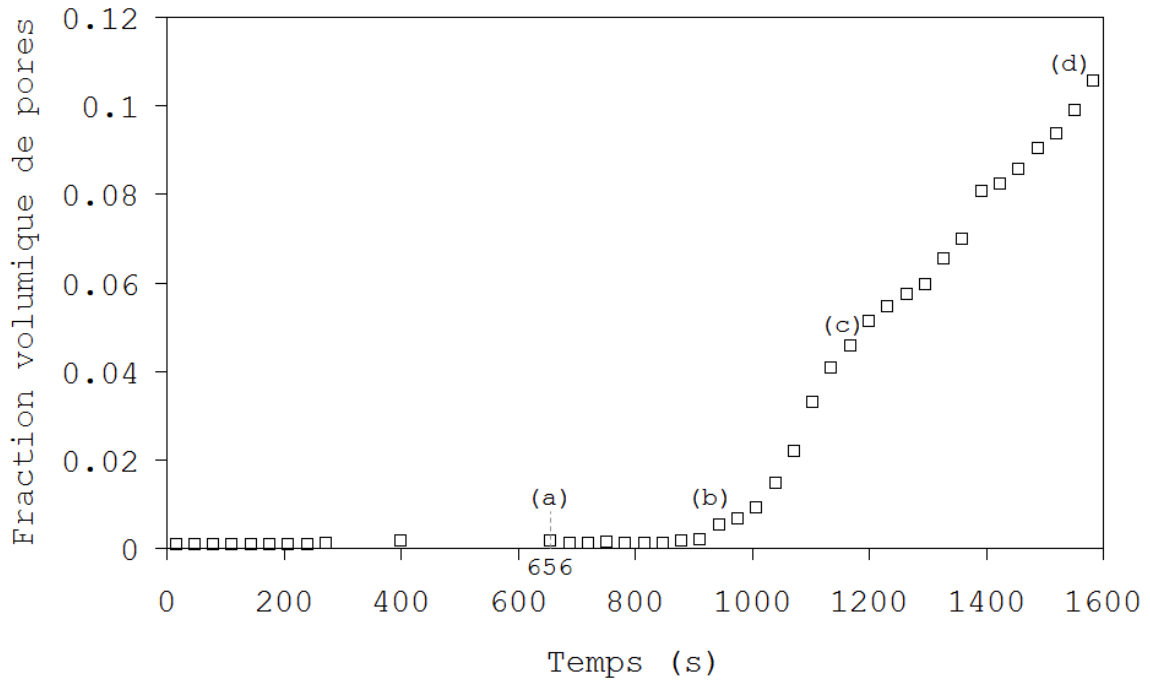


Figure 3.18 – Evolution de la fraction volumique de pores au cours de l'essai. Les lettres réfèrent aux images 3D de la figure 3.19

La propagation des porosités semble donc se faire préférentiellement par croissance et coalescence. En effet, le fait qu'un scan dure 13 s et que deux scans consécutifs se fassent à 32 s d'intervalle nous empêche d'avoir une certitude quant au mécanisme réel de propagation des porosités : une croissance peut aussi être une germination suivie d'une coalescence locale rapide. De la même manière que nous l'avons fait pour le liquide, il est possible de voir le profil de fraction volumique de pores dans la hauteur du volume échantillonné. Ce profil est tracé sur la figure 3.20. On peut noter l'apparition de pics correspondant à des coupes de fortes fractions de pores. Il est possible d'établir un lien entre les pics de fraction de liquide (figure 3.13) et ceux de la fraction de pores : ils se situent dans les mêmes zones. Cela confirme que les films épais de liquide sont propices à la formation de pores. Nous allons maintenant nous intéresser à l'évolution du nombre de pores présents dans le volume afin de voir si la fissuration se fait plutôt par croissance de pores existant, par germination, ou par coalescence.

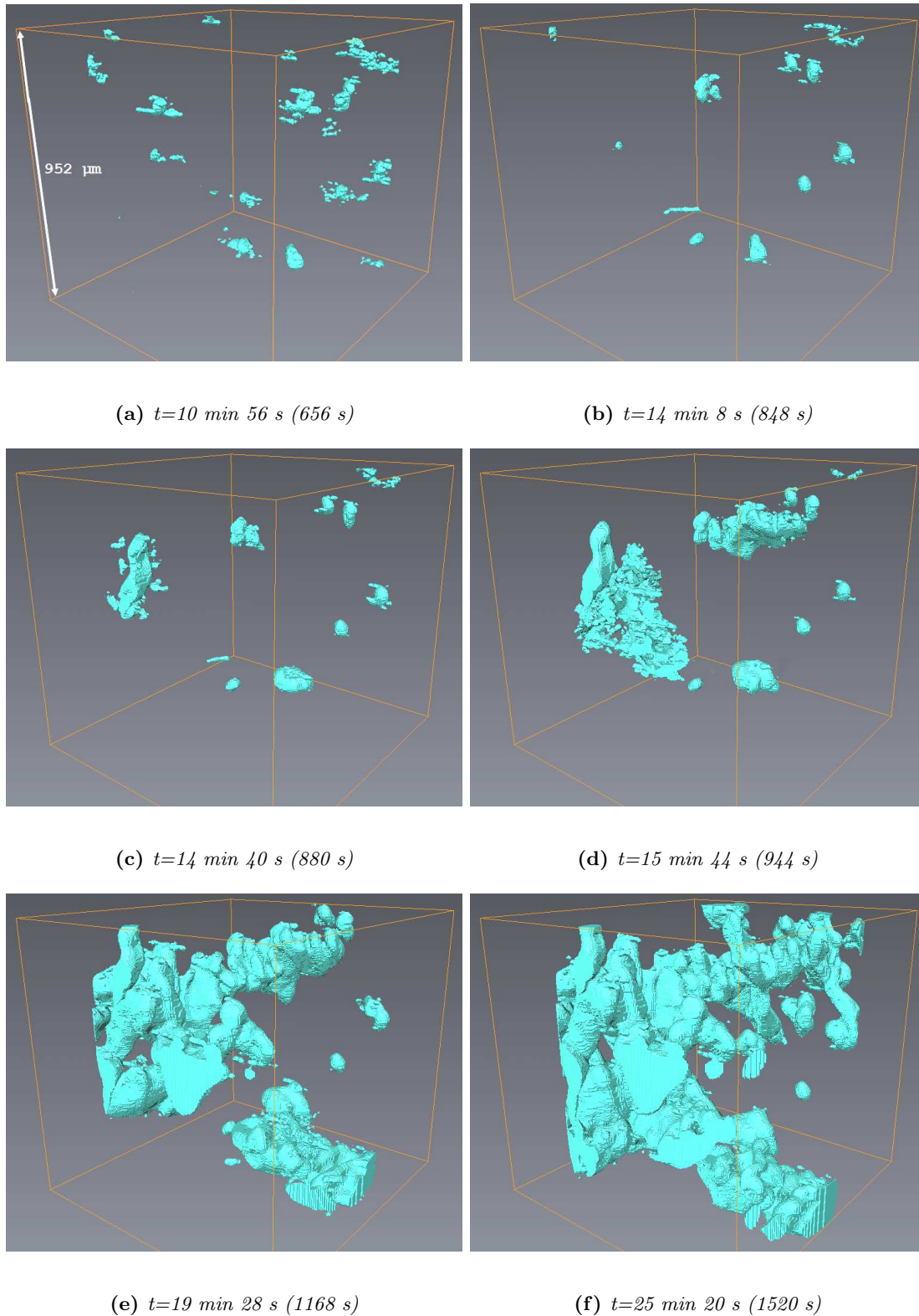
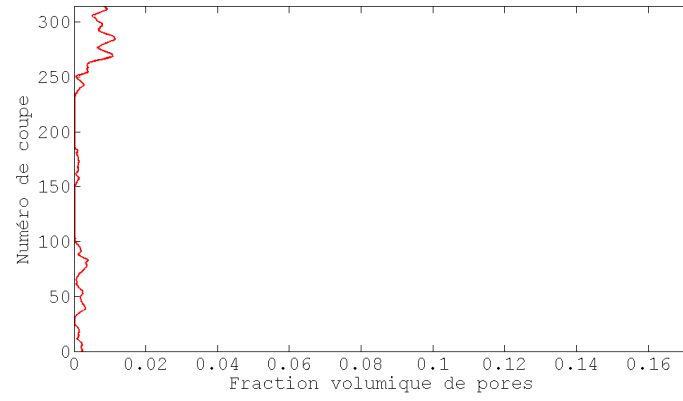
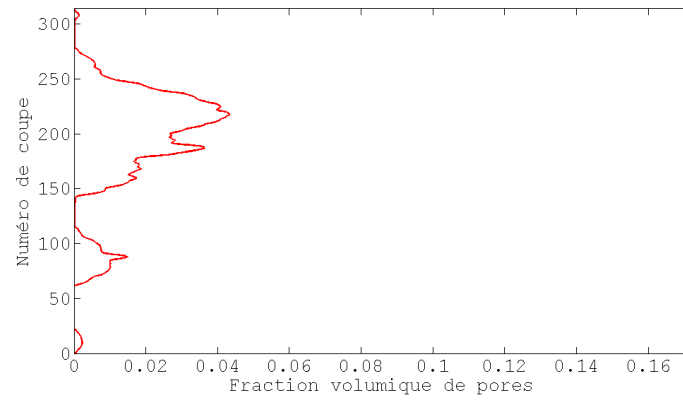


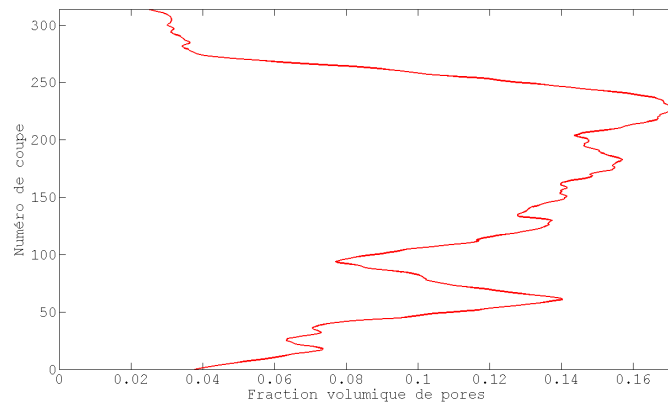
Figure 3.19 – Visualisation 3D des pores à différents temps de l'essai. Le solide et le liquide sont ici transparents



(a) $t=0$ s



(b) $t=15$ min 44 s (944 s)



(c) $t=26$ min 24 s (1584 s)

Figure 3.20 — Evolution du profil de fraction volumique de pores au cours de l'essai t_i

3.4.1.4 Nombre relatif de pores par mm^3

Calculer le nombre de pores par unité de volume donne une information sur le mécanisme de fissuration à chaud. En effet si le nombre de pore ne fait qu'augmenter, alors la fissuration se fait principalement par germination de pores, alors que si le nombre reste stable, alors cela se fait par propagation des pores existants. Il se peut par ailleurs que le nombre de pores diminue, auquel cas cela signifie que le mécanisme prépondérant est la coalescence de pores voisins. Une réserve est à mettre sur les déduction concernant la propagation ou la coalescence car le temps entre deux scans est trop important pour pouvoir affirmer avec certitude qu'un agrandissement de pore ne résulte pas d'une coalescence rapide d'un pore existant avec un pore formé à son voisinage. La figure 3.21 montre l'évolution du nombre de pores par mm^3 en conditions isothermes. Le nombre N défini tel que $N = \frac{Nb_{\text{pores}}}{V_{\text{ech}} * n_0}$ - avec n_0 le nombre de pores initial et V_{ech} le volume échantillonné - est tracé en fonction du temps. Nous pouvons observer sur ce graphe que l'évolution de N présente beaucoup d'oscillations. Nous avons cherché à comprendre leur présence et mettre en évidence les phénomènes de coalescence et de germination des pores.

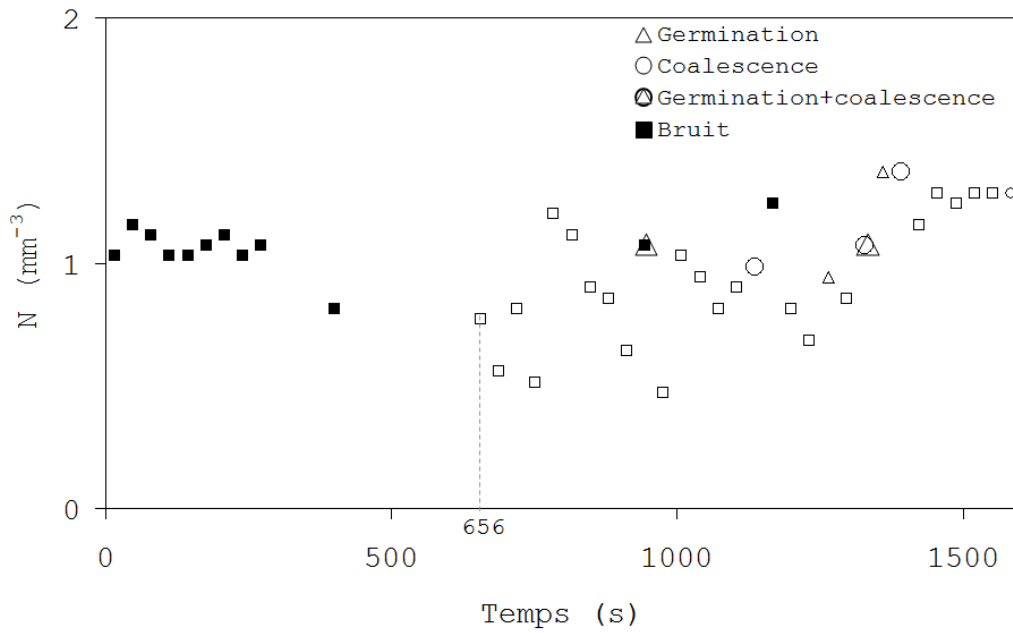
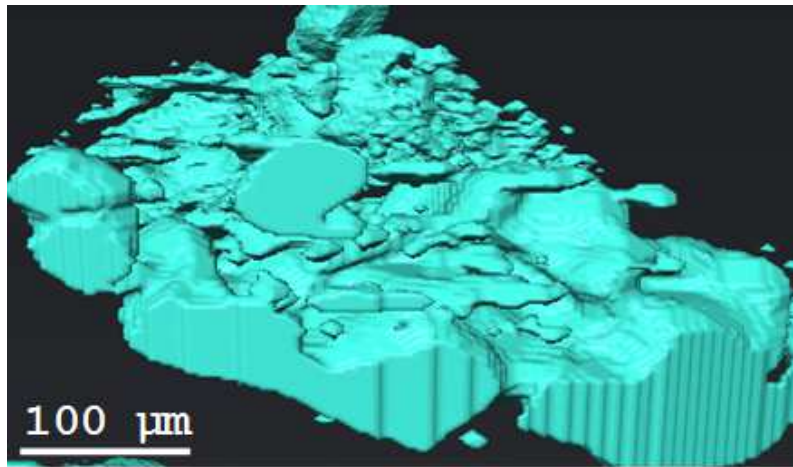


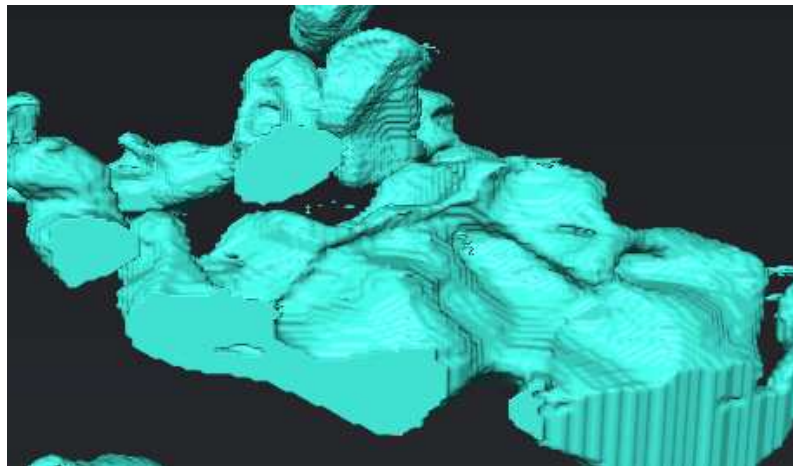
Figure 3.21 – Evolution du nombre de pores par mm^3 au cours du temps pour un essai de traction en conditions isothermes sur un alliage Al-8pds.%Cu.

Sur la figure 3.21, les points en triangle indiquent que de nouveaux pores ont germé, les marques rondes quant à elles indiquent que de la coalescence a été observée. La propagation des pores pouvant résulter des mécanismes de germination/coalescence ou de croissance, nous n'avons pas mis en évidence les scans où ce phénomène se produit. Des augmentations

de N alors qu'il y a eu coalescence sont par ailleurs visibles. Cela est dû à la présence d'un bruit, dû aux modifications dans la microstructure de l'échantillon, dont la présence n'est pas constante venant s'ajouter aux artefacts de reconstruction des volumes lorsqu'un pore germe au cours d'un scan. En effet, lorsqu'un pore apparaît au cours d'une acquisition, l'image est floue et bruitée localement, entraînant après traitement un nuage de voxel assimilés à des petits pores dont la plupart est interconnectée. Sur le scan suivant la formation du pore, son contour est bien défini et peut donc être seuillé proprement. La figure 3.22 met en évidence l'artefact de traitement causé par la formation d'un pore au cours de la prise d'images.



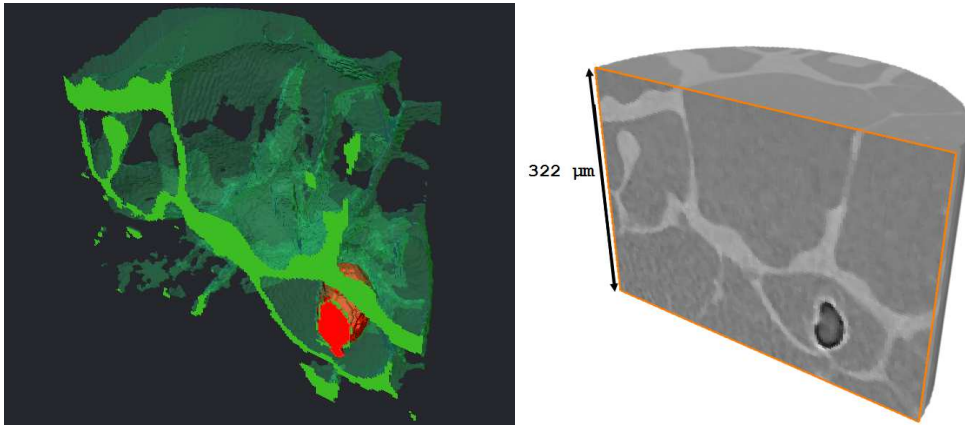
(a) $t=15 \text{ min } 44 \text{ s } (944 \text{ s})$



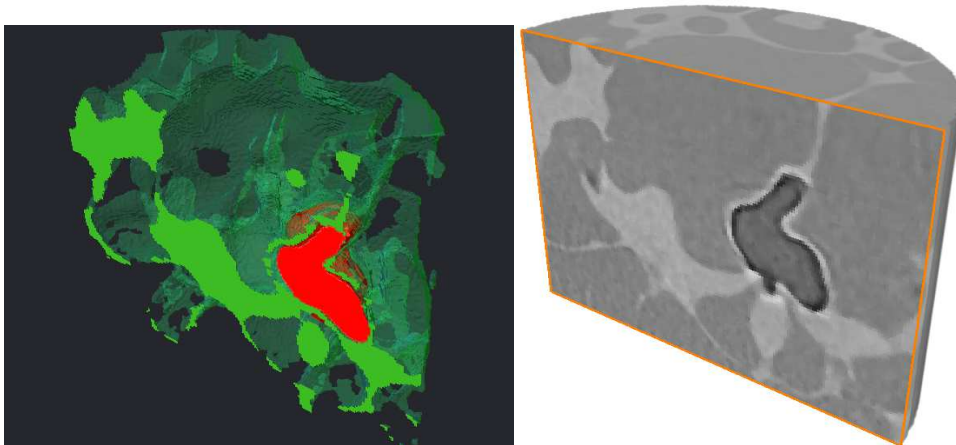
(b) $t=16 \text{ min } 16 \text{ s } (976 \text{ s})$

Figure 3.22 – Artefact de traitement d'image dû à l'apparition d'un pore en cours de scan : (a) nuage de pores en lieu et place d'un pore , et (b) pore aux contours définis (scans consécutifs)

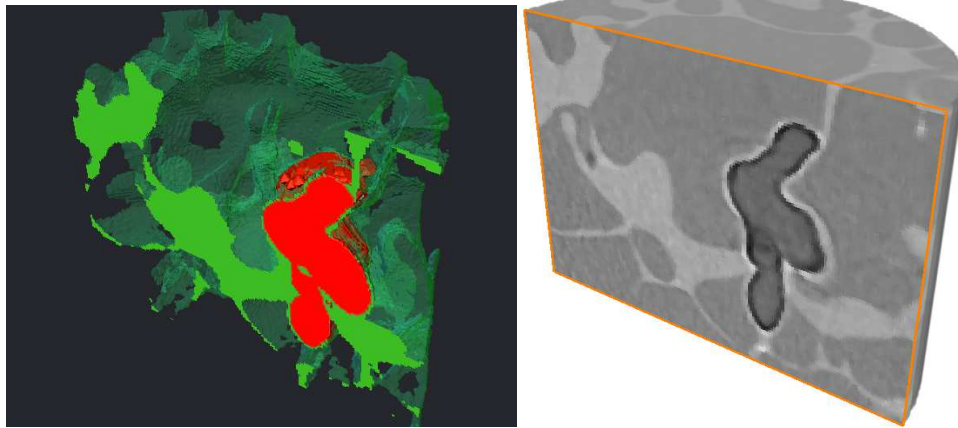
D'autre part, il peut se produire un phénomène de remplissage du pore nouvellement formé par du liquide. La formation d'un pore entraîne une dépression que le liquide environnant est susceptible de combler. Cependant si le volume de liquide apporté n'est pas suffisant pour alimenter tous les espaces intergranulaires environnants, un pore s'ouvre à proximité de celui qui vient d'être comblé (voir figure 3.23) mais ce mécanisme reste toutefois très limité. Ce résultat obtenu en conditions isothermes est en accord avec les observations réalisées par Terzi et al. sur le remplissage par du liquide de porosités existantes [Terzi et al., 2010a].



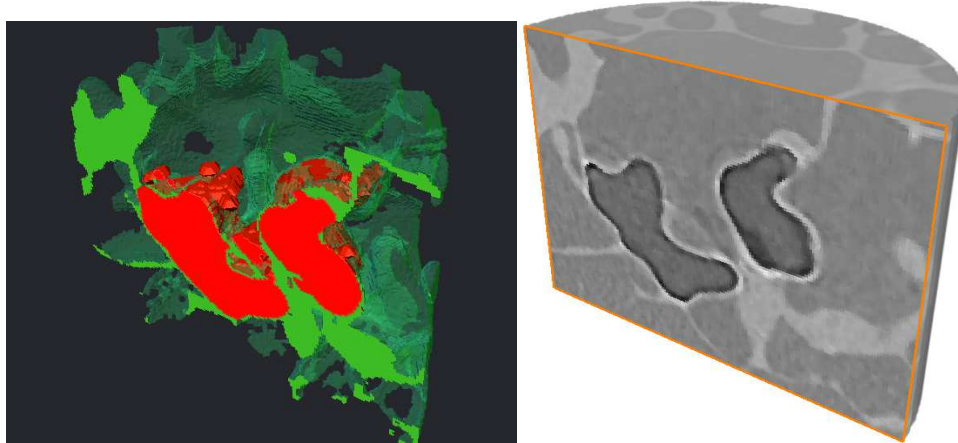
(a) $t=13 \text{ min } 4 \text{ s } (784 \text{ s})$



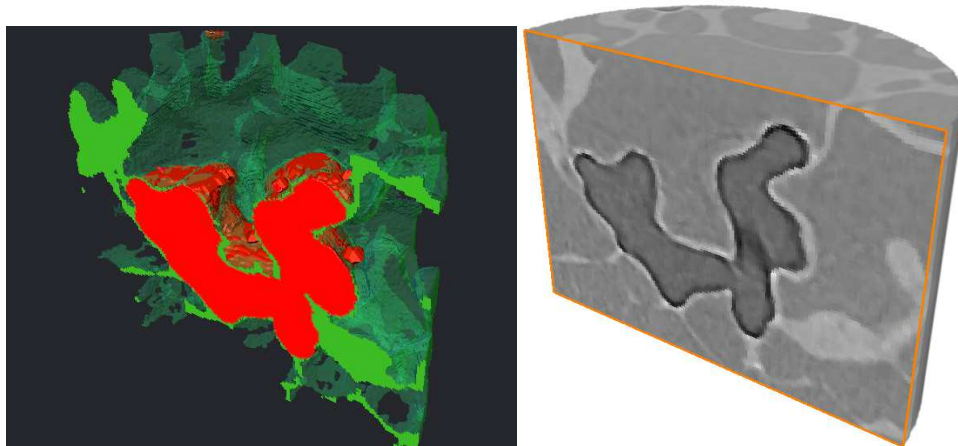
(b) $t=16 \text{ min } 16 \text{ s } (976 \text{ s})$



(c) $t=17 \text{ min } 20 \text{ s } (1040 \text{ s})$



(d) $t=17 \text{ min } 52 \text{ s } (1072 \text{ s})$



(e) $t=18 \text{ min } 24 \text{ s } (1104 \text{ s})$

Figure 3.23 – Mécanisme de remplissage provisoire d'un pore par du liquide. La figure montre ainsi une germination et une propagation suivies par une coalescence de deux pores. Images en couleurs : le solide est occulté, le liquide est en vert et les pores en rouges. Sur les images en niveau de gris : du plus clair au plus foncé : liquide, solide, et pores.

3.4.1.5 Indice de coalescence

Afin d'isoler une tendance de propagation de fissure par coalescence ou croissance des pores, nous avons tracé l'évolution du coefficient de coalescence $Q_{ti} = \frac{V_{max}}{V_{totpores}}$ au cours du temps (figure 3.24). V_{max} représente le volume maximum d'un pore, et $V_{totpores}$ est le volume total de pores dans le volume échantillonné. On peut observer sur cette figure un pic étroit à 976 s. L'augmentation de Q_{ti} pour les deux plus grands pores traduit une croissance des porosités existantes. La diminution qui suit est due à la germination de quelques pores indépendants de grandes tailles ou à la croissance d'un ou plusieurs pores. Le palier qui suit ce pic s'explique par une germination quasi inexistante, et par la croissance modérée de tous les pores présents. Le pic qui suit ce palier est causé par la coalescence des deux grands plus pores entre eux comme le suggère la diminution de Q_{ti} du second plus grand pore, et de quelques autres plus petits. La baisse de l'indice de coalescence qui suit cette importante augmentation est expliquée par la coalescence de plusieurs autres porosités dont le volume total reste inférieur à celui du plus grand pore. On observe par ailleurs une germination modérée à ce moment. A la fin de l'essai, le plus grand pore occupe 80% du volume total des pores dans le volume échantillonné, traduisant ainsi la coalescence d'un ou plusieurs des grands pores formés auparavant.

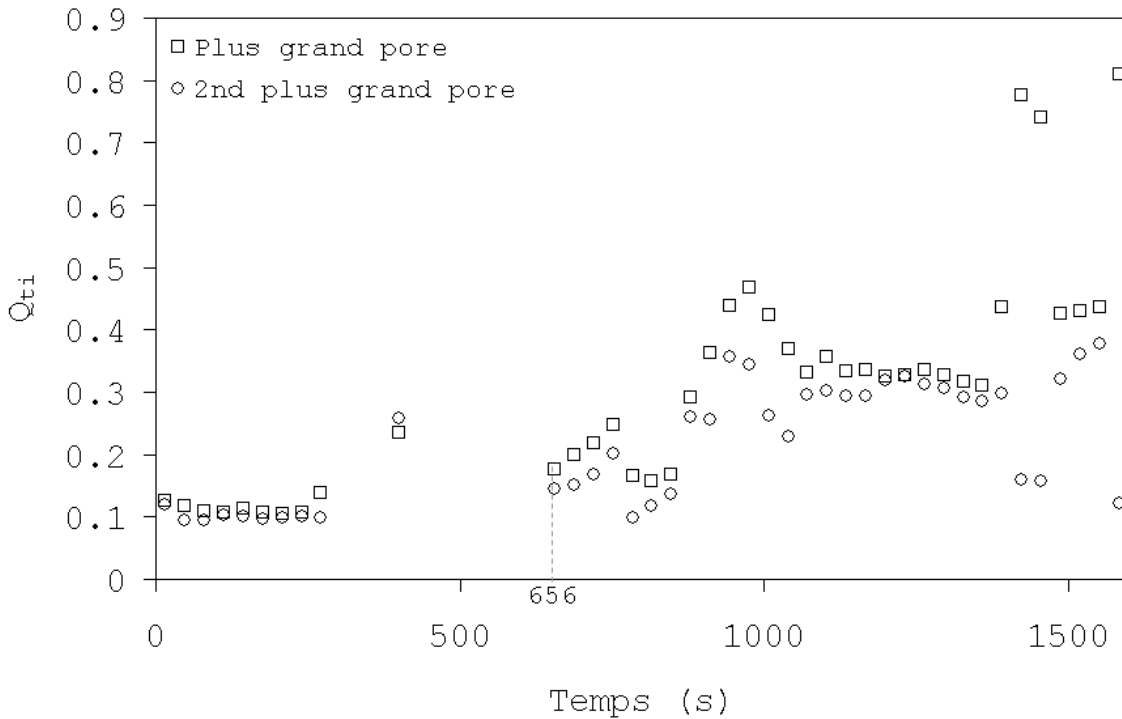


Figure 3.24 – Evolution de Q_{ti} en fonction du temps lors d'un essai de traction en conditions isothermes sur un alliage Al-8pds.%Cu

Morphologie des pores

Nous avons vu que la fraction volumique de pores augmente de manière quasi linéaire dès la formation des premiers pores jusqu'à la fin de l'essai, alors que le nombre de pores reste relativement constant. Cela montre une tendance à la propagation et à la coalescence des pores plutôt qu'à la germination, ce qui est confirmé par la courbe de l'indice de coalescence. La fissuration à chaud en conditions isotherme se fait donc très majoritairement par propagation de quelques pores et par coalescence rapide des pores nouvellement formés. Nous pouvons appuyer ces observations par une courbe de granulométrie obtenue sur les porosités (figure 3.26). En effet la distribution de tailles de pores est au début nettement découpée en deux tailles majoritaires de 5.6 et 25 μm . Le pic à 5.6 μm peut s'expliquer par le fait que les pores ne sont pas sphériques, et donc les éléments de cette taille peuvent avoir leur place dans une partie étroite de ces porosités. D'autre part, il caractérise aussi les plus petits pores ainsi que le bruit issu de diverses sources qui n'a pas pu être corrigé. Enfin, il existe probablement un artéfact de traitement d'image contribuant à l'importance du pic à 5.6 μm , valeur de notre résolution spatiale.

Cette répartition change au cours de l'essai et la distribution en fin d'essai est très étendue avec un maximum en fréquence volumique à 60 μm . La taille maximale d'élément est de 150 μm . Cela traduit la présence de grande cavités, comme attendu au vu des résultats obtenus avec la granulométrie 3D sur la phase liquide.

Ce chapitre nous a également montré que la fissuration lors d'un essai de traction en conditions isothermes est un phénomène peu localisé, présentant un fort enrichissement en liquide et des pores qui croissent et coalescent. Nous avons suivi quelques pores au sein de la zone de rupture afin de quantifier et mieux observer la fissuration lorsque les premiers pores germent. Nous avons isolé les pores présents en tout début de fissuration afin de mieux les visualiser. La figure 3.25 met en évidence les phénomènes de croissance et coalescence par l'observation des pores formés au cours de la période échantillonnée. Les pores présents suivent tous un schéma apparent de propagation par croissance puis coalescence, ce qui est en accord avec les courbes précédemment présentées. Les entités colorées en jaune sur les deux premières images sont en fait un seul pore, cependant le découpage effectué ne permet pas de le voir car il est principalement situé à l'extérieur de la ROI.

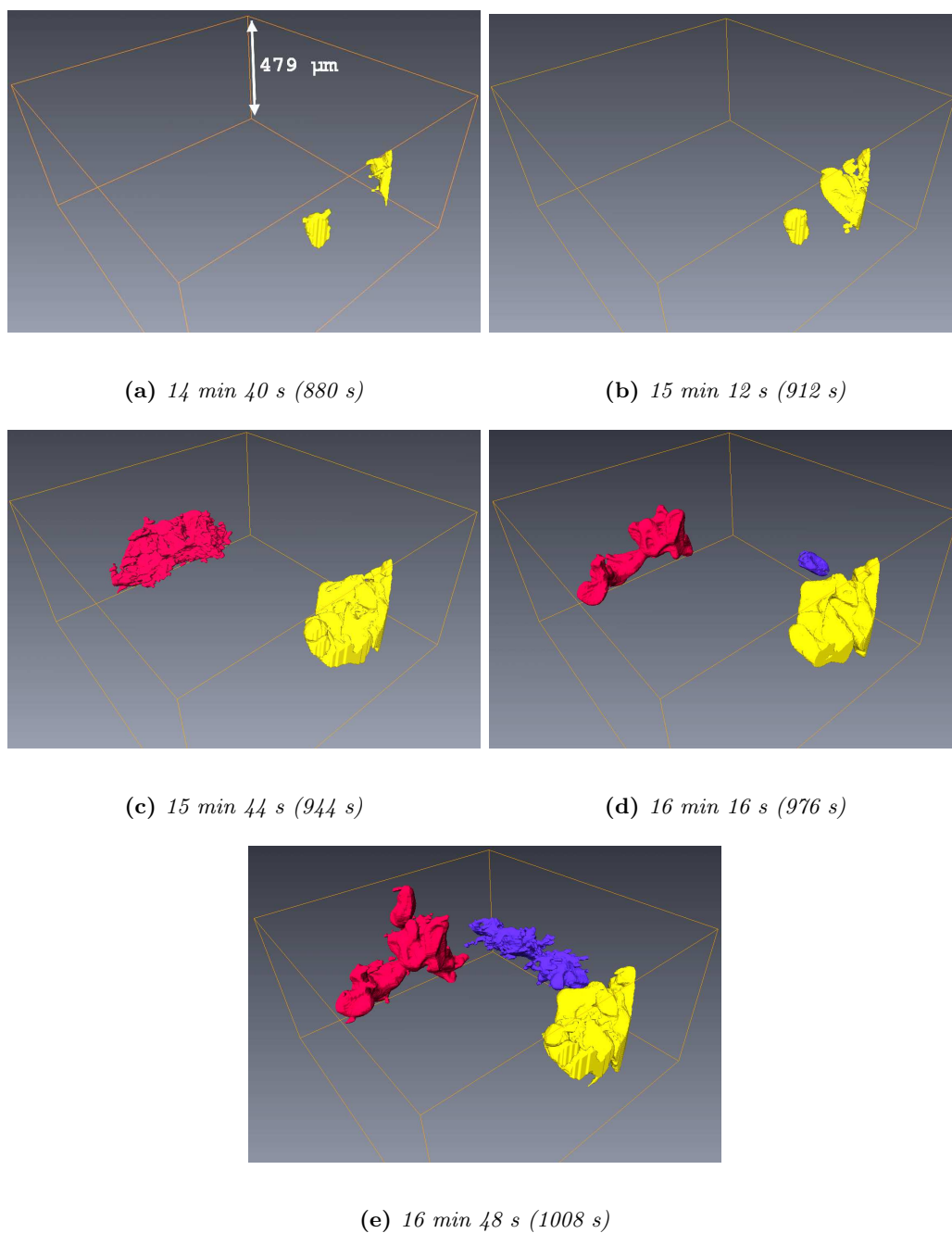


Figure 3.25 – Illustration de l'évolution des pores en CI : chaque pore indépendant est coloré différemment. Le volume observé est le volume échantillonné étudié que l'on a réduit à 150 couches en hauteur, et qui comprend une grande partie de la zone de fissuration

La figure 3.27 montre l'évolution du volume de ces 4 pores au tout début de la fissuration entre $t=14$ min 40 s et $t=16$ min 48 s. Les points qui se confondent traduisent une coalescence des pores concernés. La courbe met en évidence des augmentations brutales des volumes de porosités, montrant ainsi que la croissance se fait de manière soudaine, ou

tout au moins très rapidement. Nous pouvons d'autre part affirmer que notre microstructure évolue beaucoup lors de l'essai en conditions isothermes, ce qui est en accord avec les résultats de Terzi et al. [Terzi et al., 2010]. La quantification de la vitesse de croissance n'est pas possible au vu de la résolution temporelle de 32 s.

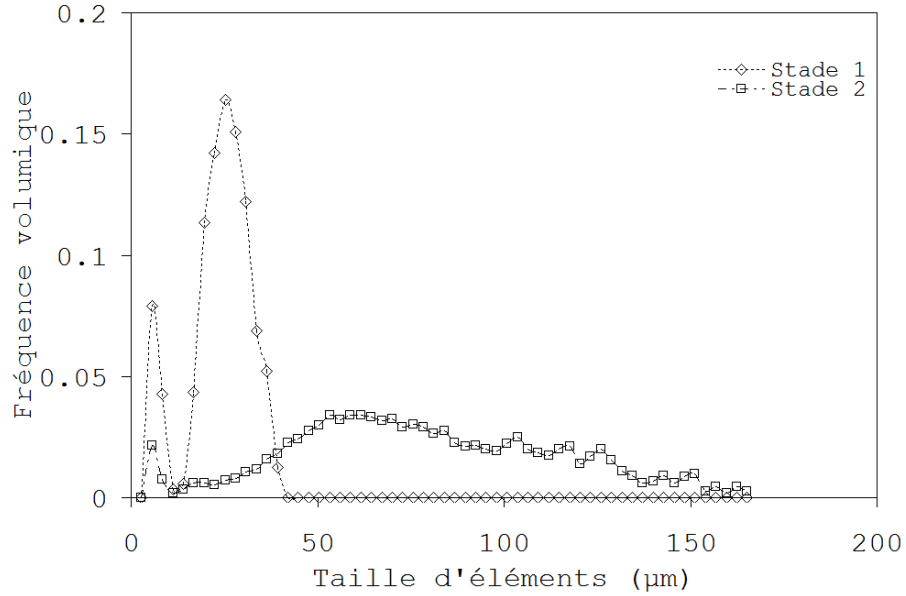


Figure 3.26 – Courbe de granulométrie 3D sur les pores lors de l'essai *ti*. Le stade 1 correspond à l'intervalle de temps [0 s ; 6 min 40 s] et le stade 2 [12 min 32 s ; 20 min]

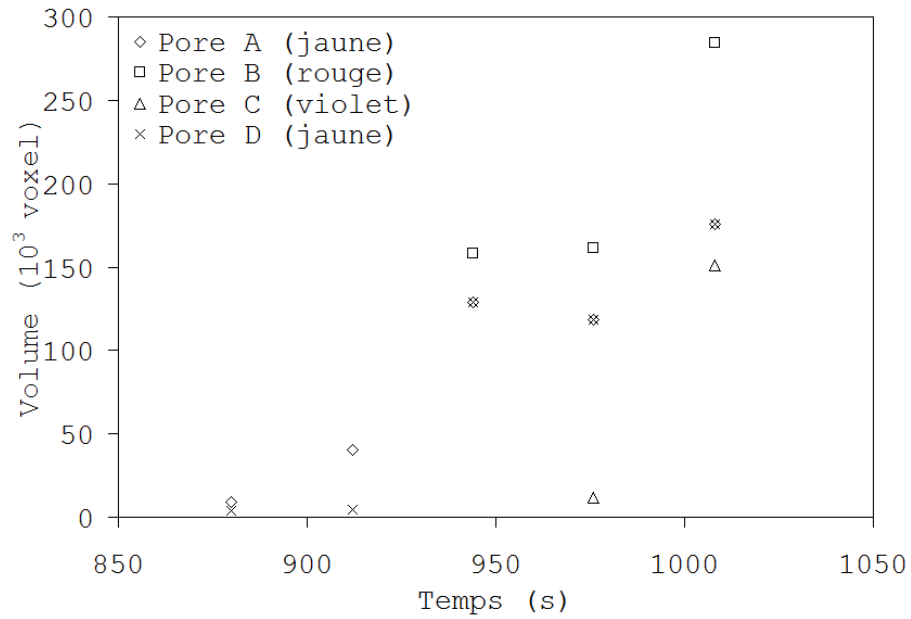


Figure 3.27 – Evolution du volume de 4 pores au début de la fissuration en conditions isothermes

Le volume important des pores indépendants n'est pas surprenant au vu du fort enrichissement en liquide. Nous pouvons cependant discuter le fait que ces pores de grands volumes ne suffisent pas à entraîner la rupture totale de l'échantillon. En effet, nous avons quantifié la hauteur des boîtes contenant chacun des pores (boîte englobante) afin de montrer que leur dimension suivant la direction de traction est importante. La figure 3.28 illustre l'évolution de ces dimensions durant la période échantillonnée.

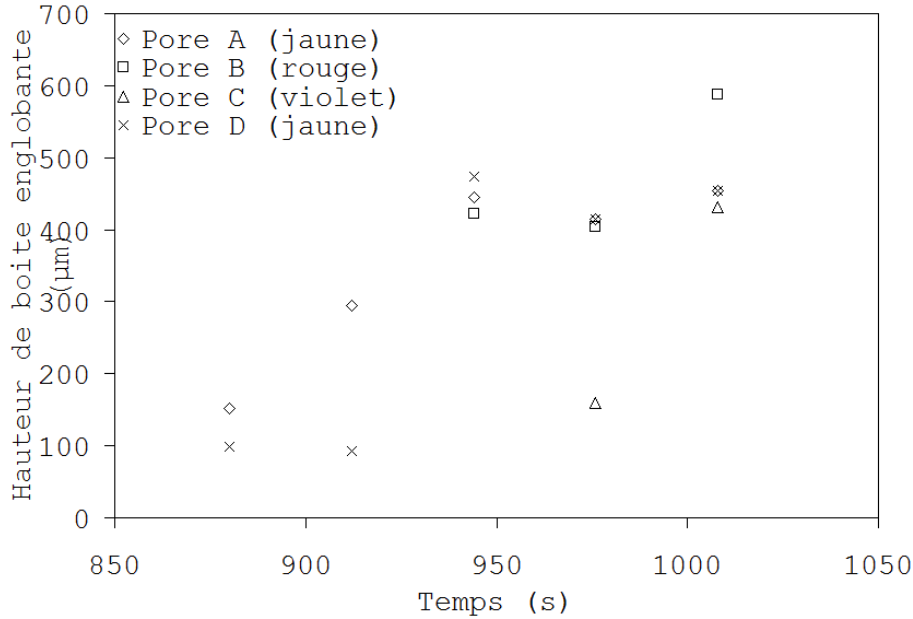


Figure 3.28 – Evolution de la dimension des boîtes englobantes des pores durant la période échantillonnée

Prenons pour exemple le dernier point du pore B : le volume est alors de $2.8 \cdot 10^5$ voxel, et la dimension de la boîte englobante suivant z (direction de traction) est de 210 px soit $588 \mu\text{m}$, et respectivement de 97 et 156 px (soit 272 et $437 \mu\text{m}$) dans les directions x et y . On peut donc noter que les pores formés en conditions isothermes ont tendance à être étirés selon la direction de traction, ce qui est attendu au vu de l'enrichissement en liquide observé précédemment.

3.4.2 Conditions de solidification

Nous suivrons dans cette section le même cheminement que celui que nous avons vu pour les conditions isothermes. L'évolution de la microstructure peut être suivie qualitativement sur la figure 3.29. On peut observer sur cette figure un léger enrichissement en liquide qui entraîne une fracture localisée de l'échantillon.

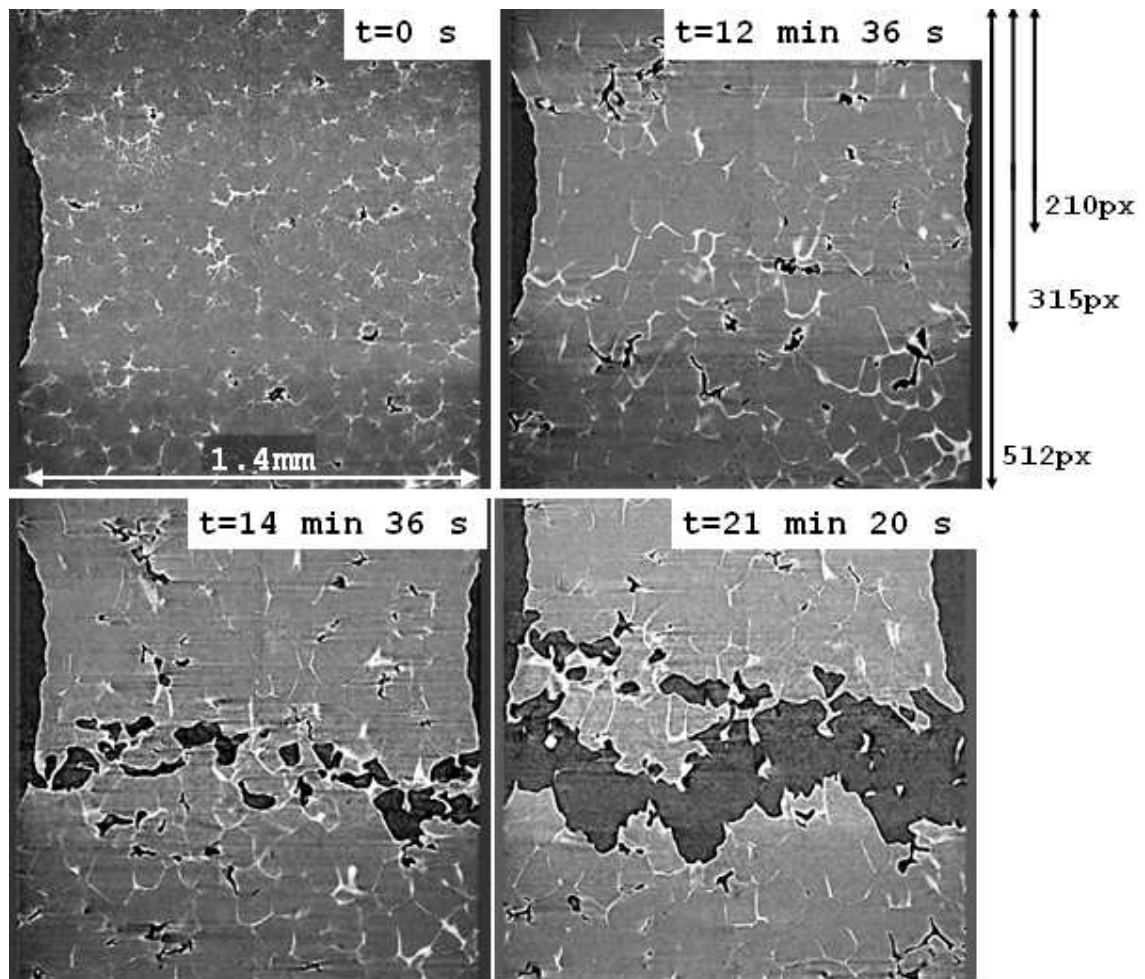


Figure 3.29 – Evolution de la microstructure de l'échantillon au cours de l'essai en conditions de solidification

Nous voyons sur la première image que l'échantillon est encore solide. Nous ne pouvons donc pas considérer que l'essai commence à ce moment. Le début de l'essai mécanique en conditions de solidification correspond au moment où l'état semi solide est atteint et que la déformation de l'échantillon est imposée. La validation de l'état pâteux de l'échantillon se fait visuellement à 5 min 20 s (320 s), et le début de la mise en déformation est déterminé au moyen d'un logiciel de corrélation 3D mis au point par le laboratoire Navier. La figure 3.30 montre l'évolution du déplacement moyen des 60 couches les plus hautes de l'échantillon (où le déplacement est imposé). L'inflexion de la courbe nous montre que la déformation est imposée à partir de 2 min 8 s (128 s) après le passage à l'état semi solide (correspondant au 0 sur le graphe) soit à $t=7$ min 28 s (448 s). Nous prendrons cette référence comme temps de départ pour notre essai dans la suite du manuscrit.

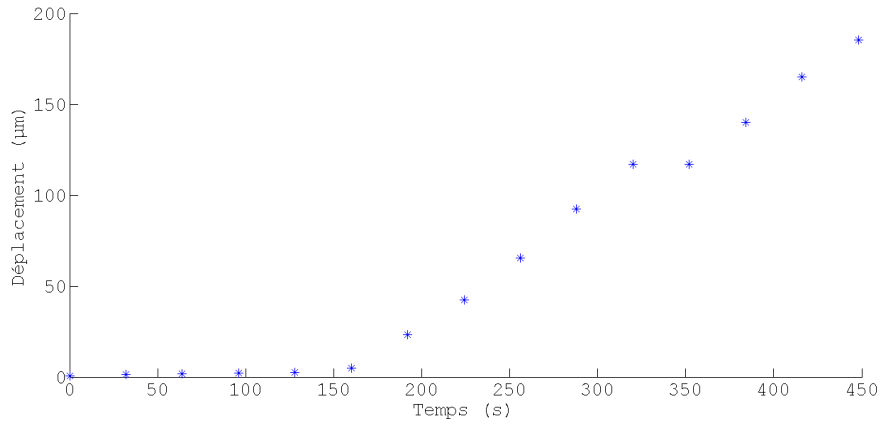


Figure 3.30 – Déplacement vertical des 60 plus hautes tranches des volumes acquis lors de l’essai en ts, après passage à l’état semi solide

3.4.2.1 Fraction volumique de liquide

La fraction volumique de liquide est toujours rapportée au volume échantillonné dont la base est représentée par une ellipse de dimensions connues (voir figure 3.31). On a donc $V_{ech} = 985 \times 884 \times \frac{\pi}{4} \mu m^3$. La courbe obtenue est présentée sur la figure 3.32.

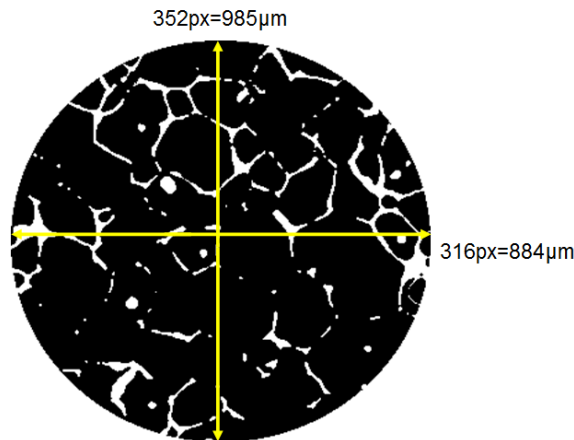


Figure 3.31 – Dimensions de la section du volume échantillonné pour l’essai en conditions de solidification

On observe sur cette courbe une légère augmentation de la fraction volumique de liquide suivi d’un pic et d’une diminution progressive en fin d’essai. Le pic résulte d’un enrichissement en liquide que l’on peut observer sur la figure 3.33, et la figure 3.32 montre que la fraction de liquide décroît fortement après le pic, ce qui est attendu après la fissuration car il n’y a plus d’enrichissement en liquide et que la fraction de pore augmente significativement.

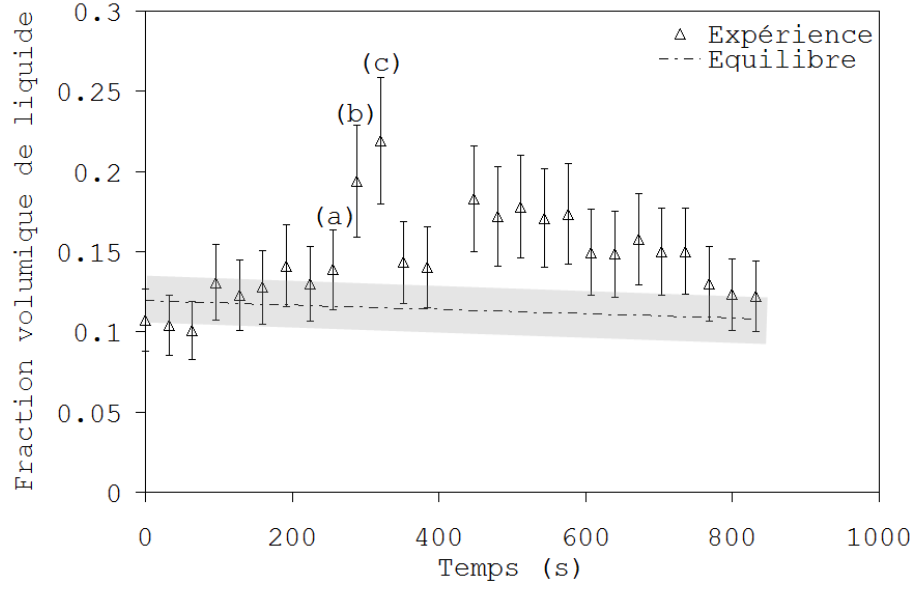
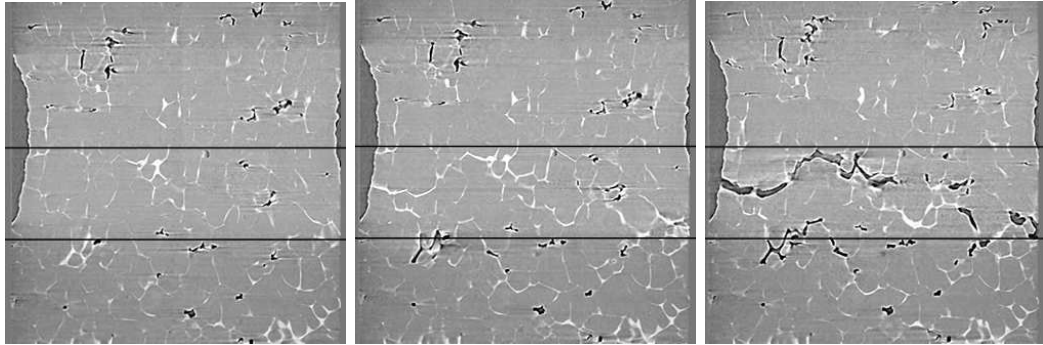


Figure 3.32 – Evolution de la fraction de liquide totale en fonction du temps lors de l'essai en conditions de solidification la droite représentant la fraction d'équilibre au cours de l'essai est en pointillés. $\dot{T} = 0.25 \text{ } ^\circ\text{C.min}^{-1}$



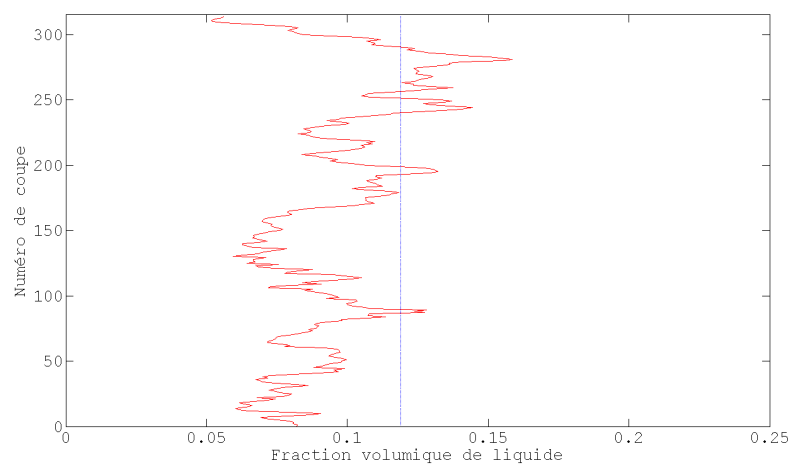
(a) 4 min 16 s (256 s)

(b) 4 min 48 s (288 s)

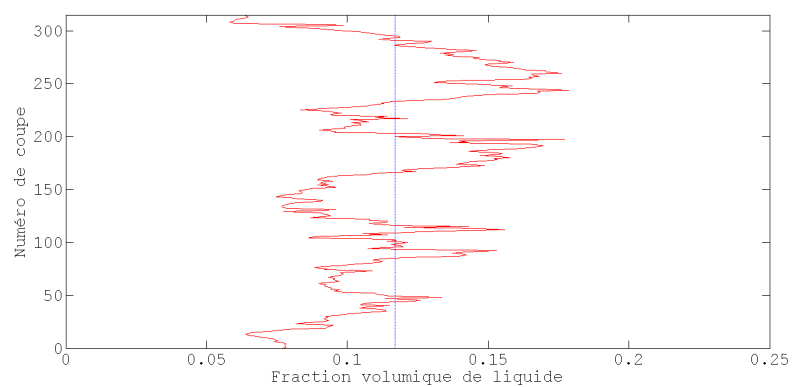
(c) 5 min 20 s (320 s)

Figure 3.33 – Coupes 2D contenant l'axe de rotation de l'échantillon en trois instants de l'essai en cours de solidification. Un enrichissement en liquide est visible entre les deux traits noirs

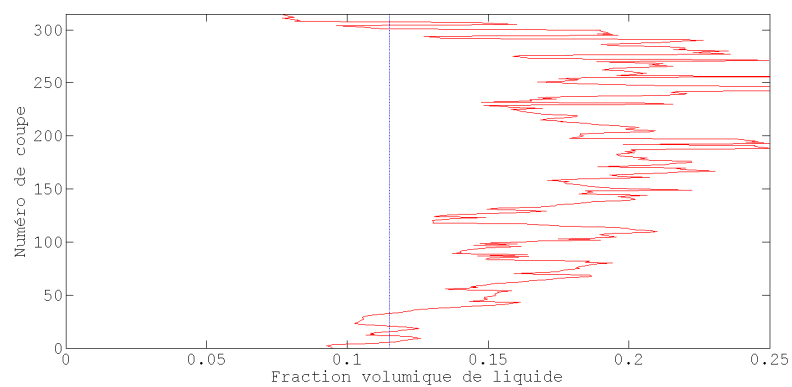
Pour mettre en valeur la localisation de l'enrichissement en liquide pressenti, le profil de fraction de liquide est tracé en trois instants de l'essai. Etant donné que l'on a effectué un maintien à température d'essai avant de lancer les acquisitions de tomographie, nous partons du principe que la fraction de volumique de liquide au départ devrait être celle à l'équilibre. Lors du refroidissement, nous considérons que nous restons dans les conditions d'équilibre au vu de la vitesse de solidification de $\dot{T} = 0.25 \text{ } ^\circ\text{C.min}^{-1}$.



(a) $t=0$ s



(b) $t=2 \text{ min } 40 \text{ s } (160 \text{ s})$



(c) $t=4 \text{ min } 48 \text{ s } (288 \text{ s})$

Figure 3.34 – Evolution du profil de fraction de liquide en trois moments de l'essai *ts*. La droite verticale représente la fraction de liquide (a) à l'équilibre à 555 °C, (b) à 554.3 °C et (c) à 553.8 °C

Le profil de fraction de liquide est relativement plat au tout début de l'essai, puis il se forme trois pics peu prononcés juste avant la formation des premiers pores. Ces pics sont plus présents après les premières germinations de pores visibles puis se fondent dans un enrichissement en liquide du haut de l'échantillon en fin d'essai.

3.4.2.2 Taille des canaux de liquide

L'observation qualitative de la figure 3.29 nous montre que les canaux de liquide ne présentent pas de changement de taille notable avant l'apparition des pores. Cela peut se vérifier en portant notre attention sur la figure 3.35.

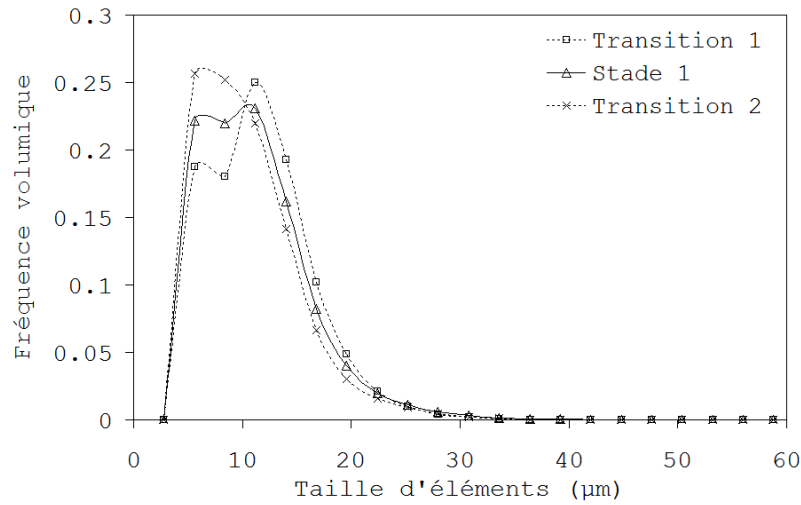


Figure 3.35 – Evolution de la taille des canaux de liquide au cours du temps lors de l'essai t_s

Dans ce cas d'essai en conditions de solidification, les canaux de liquide présentent un stade stable précédé et suivi de deux transitions. La première transition lors de laquelle la courbe de distribution change de forme jusqu'à 2 min 8 s est visible en début d'essai. Cette première transition est suivie d'un stade stable jusqu'à 12 min 48 s. Une seconde transition est mise en évidence en fin d'essai. On peut ainsi distinguer deux tailles de canaux privilégiées lors du stade stable à 6 et 12 μm , résultant de la présence de liquide sous forme de films intergranulaires et de poches aux joints triples. La première transition traduit les afflux de liquide permettant l'observation de films jusqu'alors invisibles. Lors de cette transition, on peut remarquer que les tailles d'éléments restent faibles, corroborant ainsi les déductions faites au vu des grandeurs étudiées précédemment. La seconde transition résulte de la rupture de l'échantillon, pendant laquelle les tailles de canaux tendent vers les faibles valeurs. Le phénomène d'enrichissement local de liquide en conditions de solidification est donc peu visible, aussi bien qualitativement que quantitativement, mais est bien présent au sein de canaux de liquide de tailles moindres que ceux existants dans le cas isotherme. La distribution des tailles de canaux met en évidence leur faible taille, mais

aussi la faible accommodation des déformations par un afflux de liquide qui est ici très faible. Nous allons voir quelles conséquences ont ces caractéristiques de la phase liquide en nous intéressant à la formation des pores lors de l'essai, comme nous l'avons fait dans le cas des conditions isothermes.

3.4.2.3 Fraction volumique de pores

Au vu de la figure 3.29, nous pouvons prévoir une évolution brutale de la fraction volumique de pores. Cette fraction est évaluée pour un volume échantillonné faisant 210 px (soit 588 μm) de hauteur. Cette restriction a pour cause le bruit trop présent dans la partie basse des volumes pour permettre le traitement de ces couches. La figure 3.36 présente la fraction volumique de pores en fonction du temps. Nous pouvons remarquer qu'entre les points (a) et (c) une légère augmentation est visible. La formation de pores épars et indépendants de faibles dimensions est donc prise en considération. La ruine du matériau que l'on a pu observer sur la figure 3.29 se produit entre les points (c) et (d). L'augmentation soudaine de la fraction volumique de pore peut trouver une explication en étudiant le profil de la fraction de pores au cours de l'essai. La figure 3.37 montre l'évolution la fraction volumique contenue dans chaque coupe perpendiculaire à la direction de traction. Cela constitue un profil sur la hauteur de l'échantillon sur lequel on observe trois pics dans la partie basse, mettant en évidence la formation de pores là où le liquide s'est accumulé. En fin d'essai, des pores se forment massivement dans la partie basse de l'échantillon.

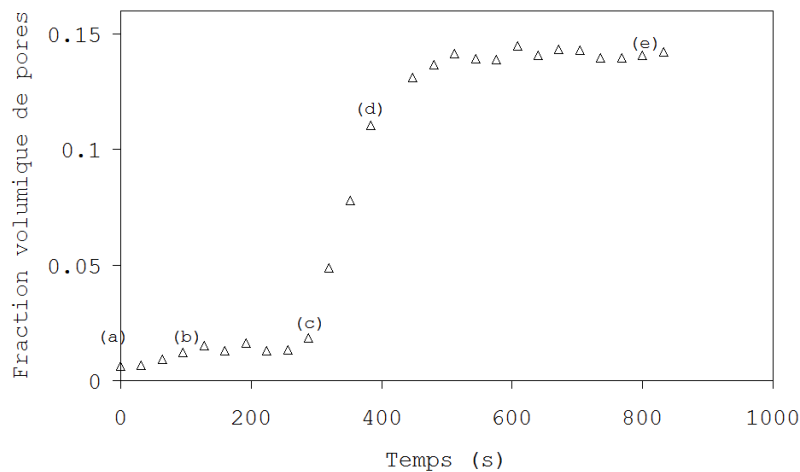
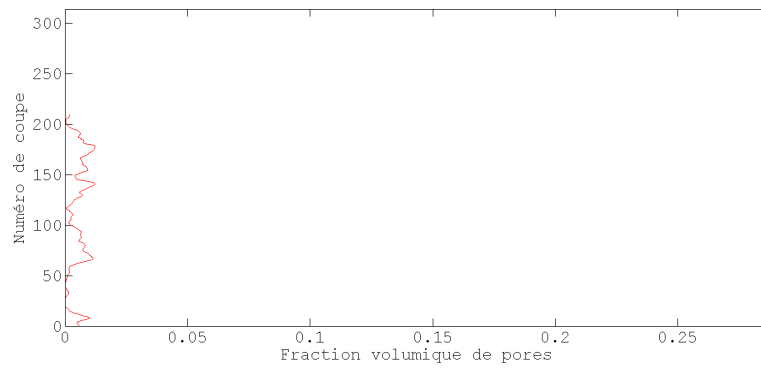
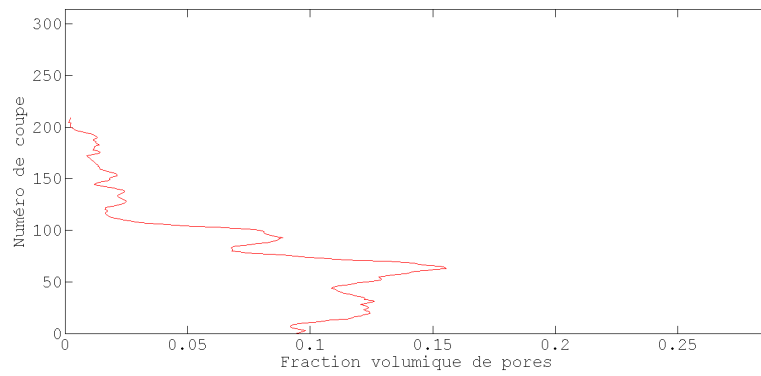


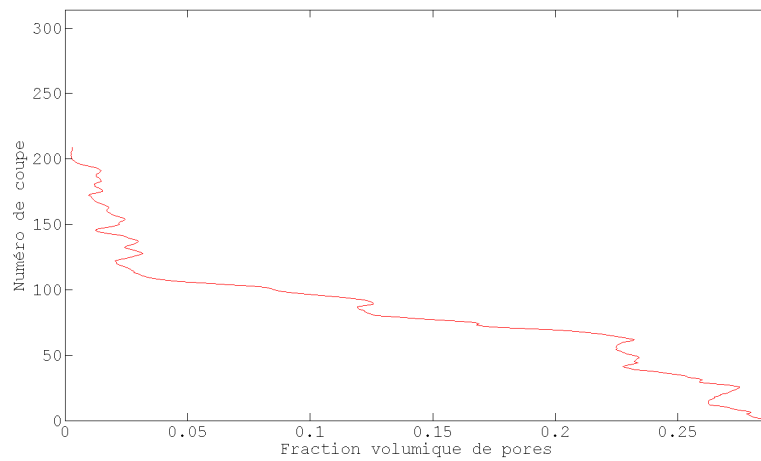
Figure 3.36 – Evolution de la fraction volumique de pores au cours de l'essai. Les lettres réfèrent aux images correspondantes de la figure 3.39



(a) $t=0\text{ s}$



(b) $t=5\text{ min }52\text{ s } (352\text{ s})$



(c) $t=13\text{ min }52\text{ s } (832\text{ s})$

Figure 3.37 – Evolution du profil de fraction volumique de pores au cours de l'essai

3.4.2.4 Nombre relatif de pores par mm^3

La figure 3.38 montre l'évolution du nombre de pores lors de l'essai. Une légère augmentation des valeurs causée par une germination de pores de faible volume est visible entre 0 et 6 min 24 s (0 et 384 s). On observe une augmentation quasi constante du nombre de pores, depuis la germination des premiers pores à 4 min 16 s (256 s) jusqu'à la fin de l'essai. Cela peut s'expliquer par la rupture de nombreux films liquides très fins. La germination durant cette période est rapide et se répartit dans le volume, tout en restant plus concentrée sur une zone étroite en hauteur. Bien que les pores dans la zone de fissuration coalescent rapidement, le nombre de pores par unité de volume augmente car ceux-ci germent dans tout l'échantillon. Le bruit généré par la germination des pores apporte encore une fois un bruit parasite qui entraîne une surévaluation de N .

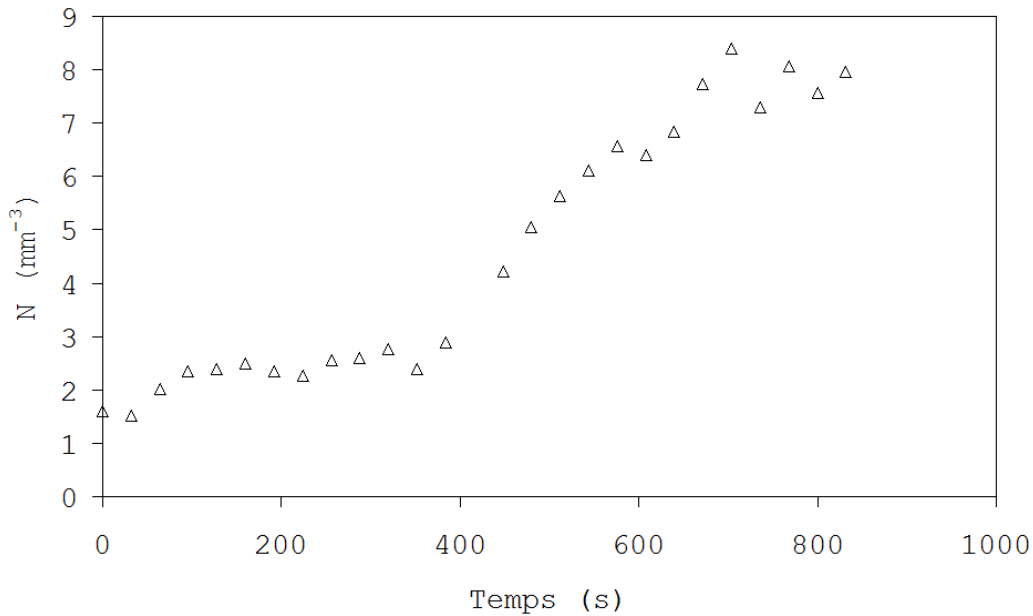


Figure 3.38 – Evolution du nombre de pores par mm^3 au cours du temps pour un essai de traction en conditions de solidification sur un alliage Al-8pds.%Cu

Des visualisations 3D ont été réalisées pour mieux observer l'apparition des pores en suivant cette courbe ponctuée de lettres se référant aux images correspondantes de la figure 3.39. La ROI définie pour ces images reprend la section du volume initial et mesure $185 \mu m$ de hauteur. L'augmentation de la fraction de pores est donc qualitativement corrélée avec le nombre de pores visibles. Sur ces images 3D on observe une germination de pores épars, puis dans une zone localisée. Les porosités sont indépendantes au début, puis un réseau se crée rapidement (entre (c) et (d)) dans la zone de fissuration. Ces images mettant en évidence la localisation de la fissuration, nous avons déterminé un N sur la ROI que nous venons de définir (figure 3.40).

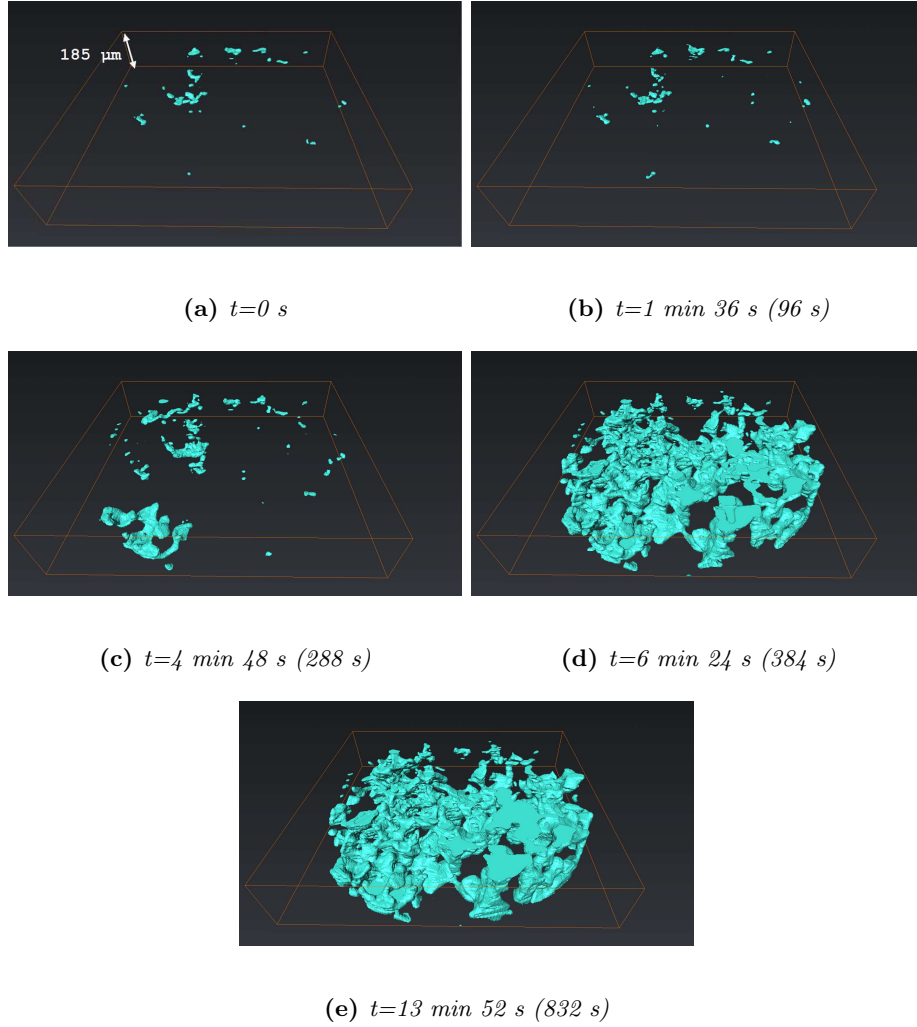


Figure 3.39 – Visualisation 3D des pores en différents temps au cours de l'essai. Le solide et le liquide sont ici transparents

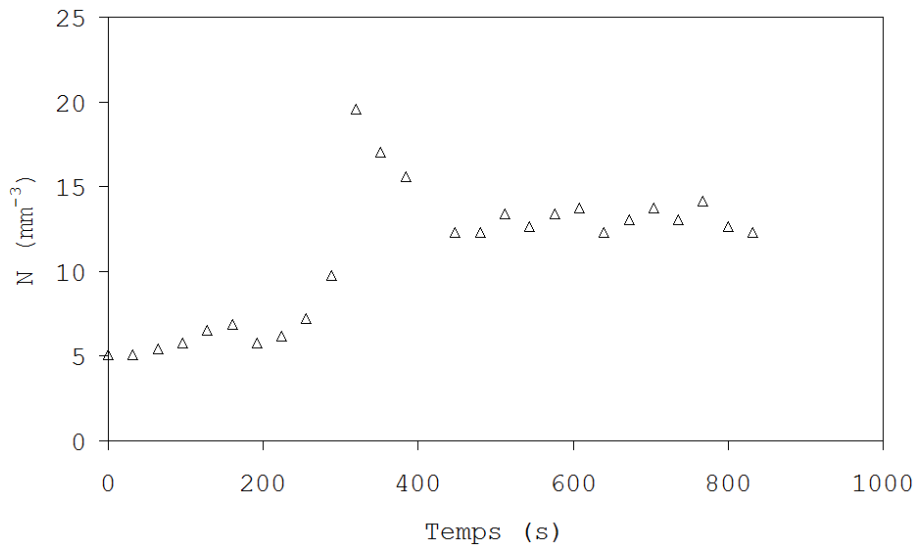


Figure 3.40 – Evolution de N dans la zone de fissuration au cours de l'essai en conditions de solidification

3.4.2.5 Indice de coalescence

La figure 3.41 montre l'évolution du quotient Q_{ts} en fonction du temps pour des deux plus grands pores. Nous pouvons observer sur cette courbe que les valeurs restent quasi constantes du début de l'essai jusqu'à 4 min 48 s (288 s). A cet instant les deux entités suivies croissent ou bien d'autres pores ont coalescé avec elles.

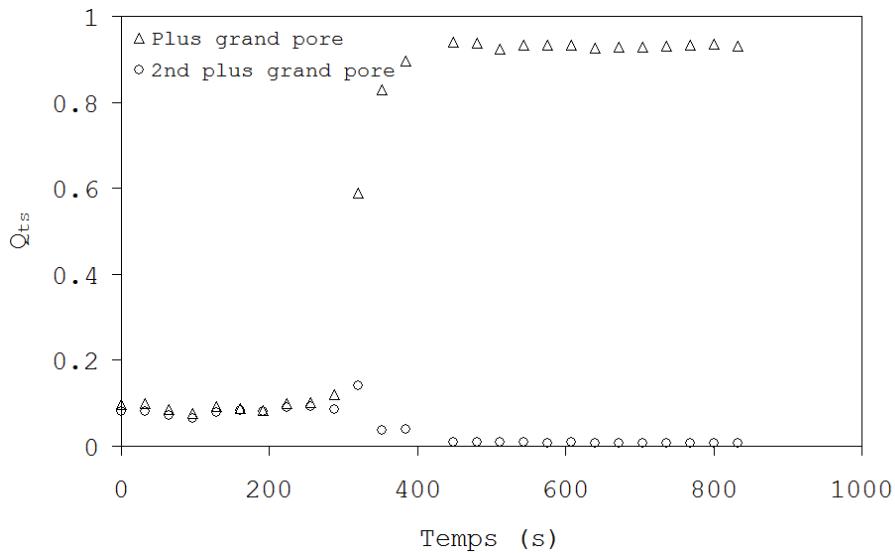


Figure 3.41 – Evolution de Q_{ts} en fonction du temps lors d'un essai de traction en conditions de solidification sur un alliage Al-8pds.%Cu

Nous rappelons encore une fois qu'il est possible que certains pores ayant coalescé aient

germé entre deux scans. Alors que Q_{ts} augmente jusqu'à atteindre un palier d'une valeur de 0.94 à 7 min 28 s (448 s) pour le plus grand pore, nous observons une augmentation puis une chute brutale pour le second. Cela s'explique par la coalescence des deux entités (ajoutée à la coalescence des autres pores indépendants), mettant en évidence le fait que la fissure ne sera formée que par une seule porosité.

Afin de faire une étude plus ciblée, nous avons également calculé Q_{ts} au sein de la ROI précédemment définie. La figure 3.42 met en évidence le fait qu'en début d'essai, les pores sont majoritairement indépendant car le plus grand pore occupe environ 18% du volume total de porosités dans la ROI. Une légère diminution du Q_{ts} entre t_0 et 3 min 44 s (0 et 224 s) indique la formation de pores indépendants des deux plus grandes entités. Une légère augmentation s'ensuit jusqu'à 4 min 48 s (288 s), nous informant que la plus grande porosité croît ou que des pores indépendants ont coalescé avec celle-ci. Le scan suivant met en évidence la formation de nombreux pores indépendants des entités suivies. Enfin, une coalescence rapide de la plupart des pores existant entraîne une augmentation de Q_{ts} jusqu'à une valeur de 0.98, ce qui confirme la localisation de la fissuration dans la zone étudiée. Contrairement au cas isotherme, la fissuration se concentre sur un seul pore.

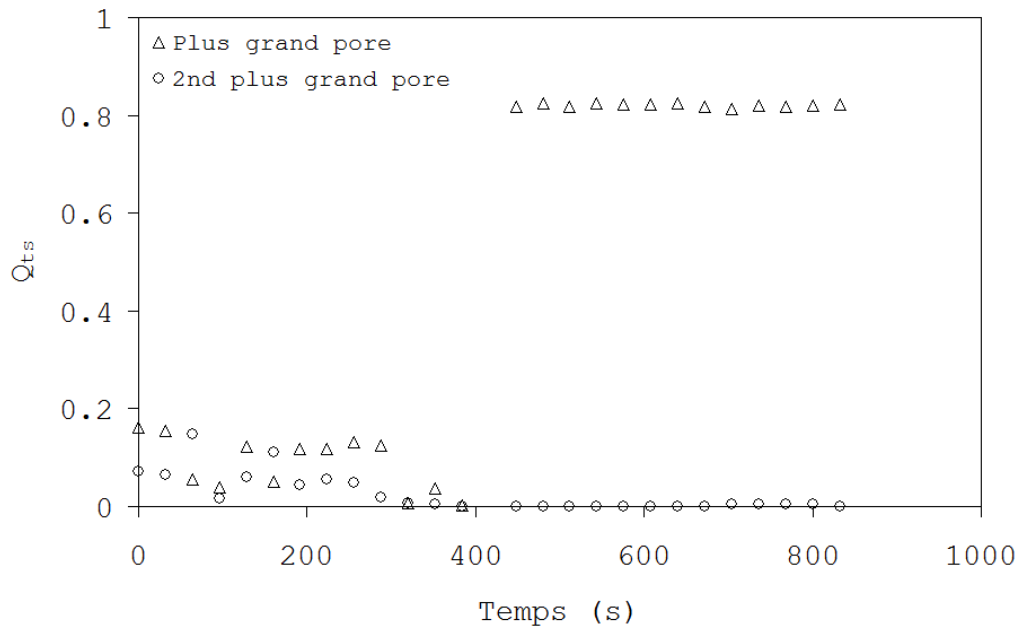


Figure 3.42 – Evolution de Q_{ts} au sein de la zone de fissuration au cours de l'essai

Morphologie des pores en CS

La fissuration à chaud dans les conditions de solidification intervient brutalement. La fraction volumique de pores augmente brusquement. Le nombre de pores est en constante augmentation, ce qui suggère que le matériau s'endommage dans tout le volume échantillonné,

bien que la fissure soit localisée dans une zone très étroite. La courbe d'indice de coalescence met en évidence qu'un seul pore occupe presque tout le volume de porosité en fin d'essai. En effectuant une granulométrie sur les pores on obtient les courbes tracées sur la figure 3.43. Deux tailles d'éléments prépondérantes (5.6 et 20 μm) sont mises en évidence lors des deux stades stables. Le second stade présente cependant une distribution plus étalée, ajoutant un faible pic à 50 μm . La taille maximale d'élément est ici de 130 μm , ce qui met en évidence le fait que les pores ont une faible dimension dans la direction de traction. Nous pouvons donc en déduire que la fissuration en conditions de solidification se fait par germination et coalescence de nombreux pores épars au sein d'une zone étroite en hauteur.

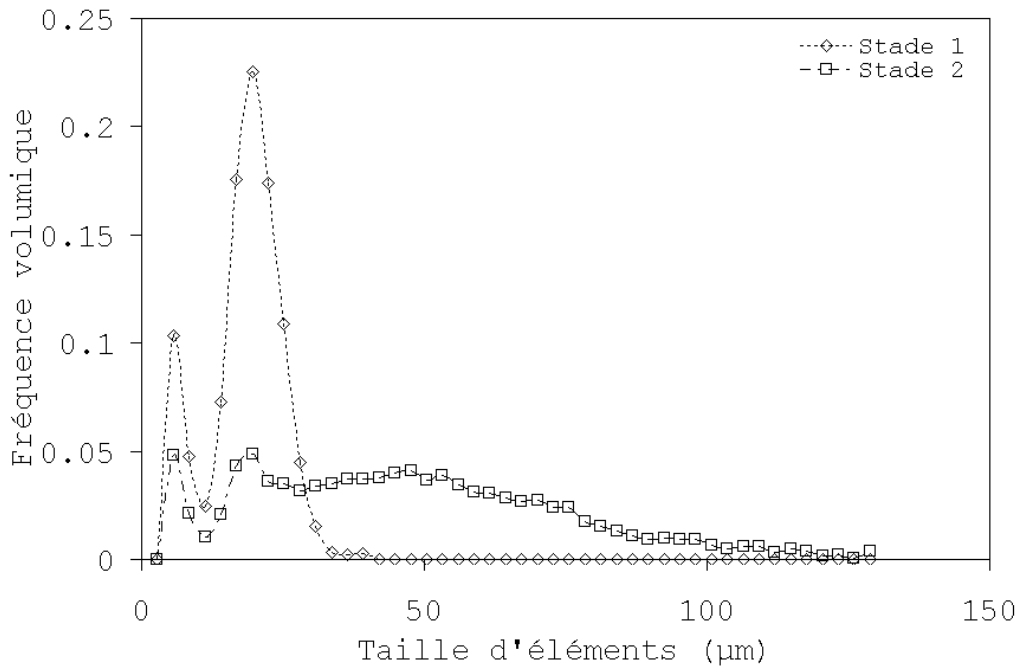


Figure 3.43 — Courbes de granulométrie 3D sur les pores lors de l'essai en conditions de solidification. Stade 1 : de 0 à 3 min 12 s, stade 2 : de 5 min 20 s à 12 min 48 s

Nous avons suivi quelques pores au sein de la zone de rupture afin de quantifier et mieux observer la fissuration lorsque les premiers pores germent. La figure 3.45 montre l'évolution des pores suivis à plusieurs instants de l'essai. Chaque entité indépendante est colorée différemment. La figure 3.44 montre l'évolution du volume de ces pores au tout début de la fissuration entre $t=1$ min 4 s (64 s) et $t=5$ min 20 s (320 s). Les points qui se confondent traduisent une coalescence des pores concernés.

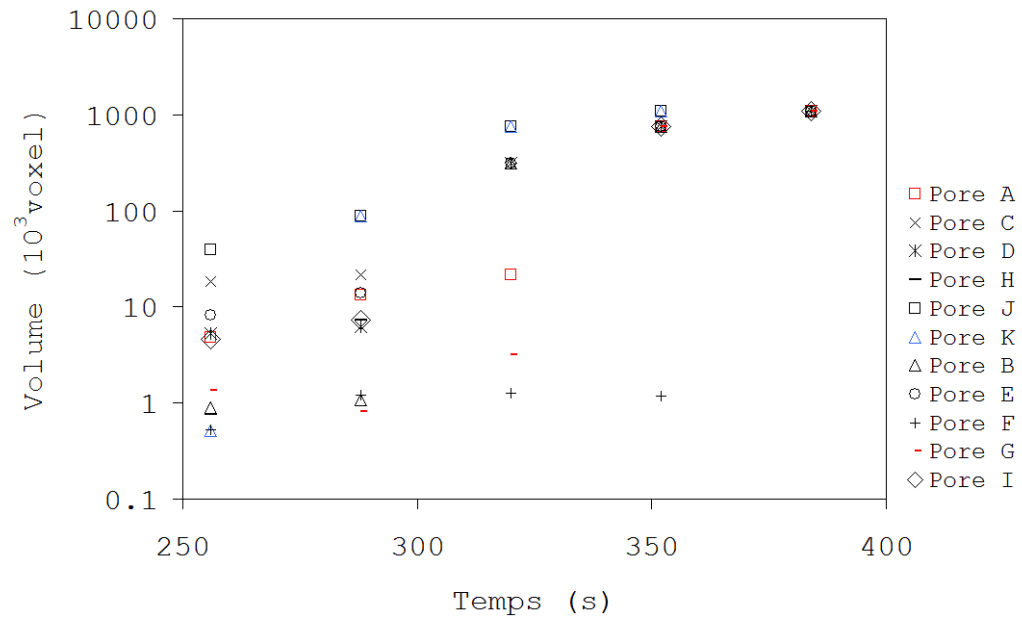


Figure 3.44 – Evolution du volume des pores au début de la fissuration en conditions de solidification. Les images correspondant aux points du graphique se trouvent sur la figure 3.45

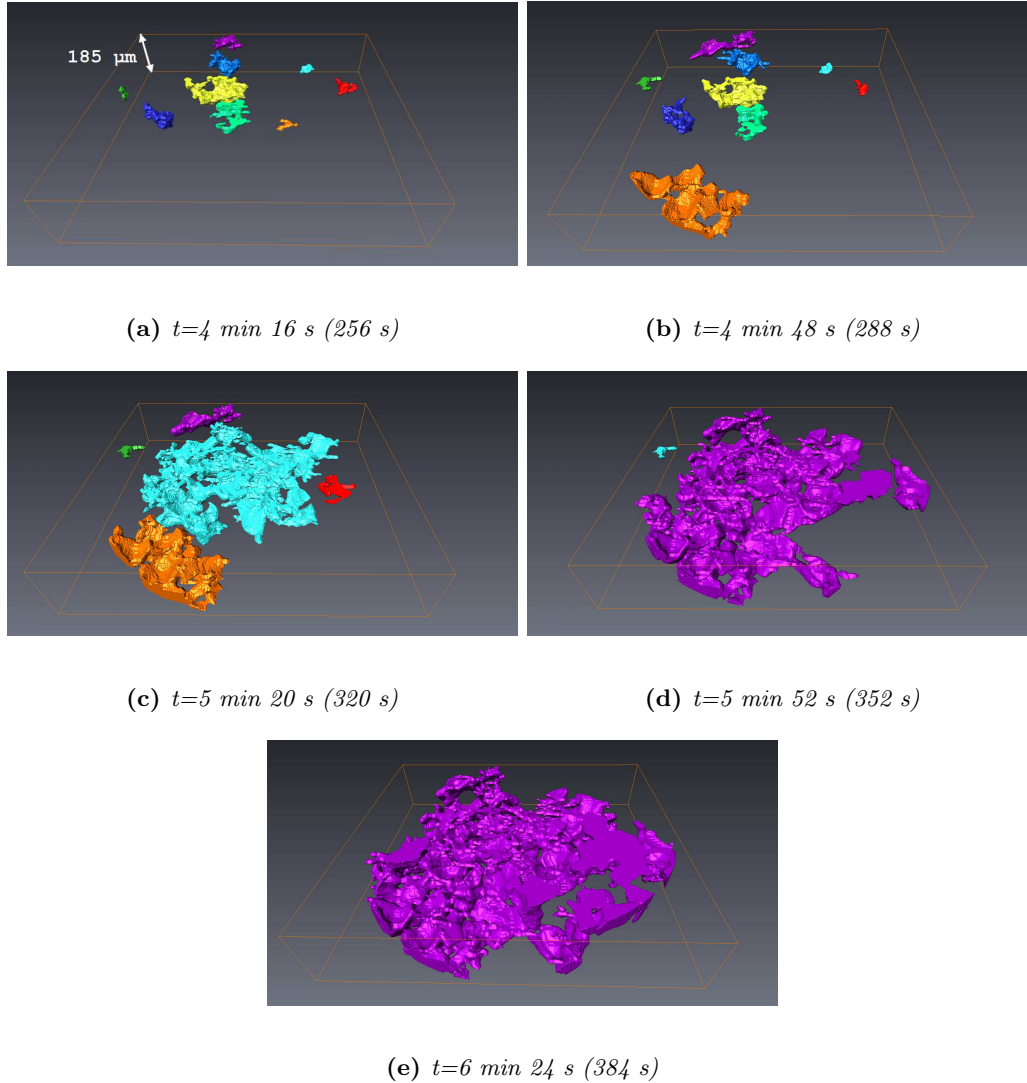


Figure 3.45 – Illustration de l'évolution des pores en CS : chaque pore indépendant est coloré différemment. Le volume observé est le volume échantillonné initial que l'on a réduit à 66 couches ($185 \mu\text{m}$) en hauteur et qui contient la quasi totalité de la zone de fissuration

Une visualisation 3D de ces pores est proposée sur la figure 3.45, mettant en évidence les mécanismes de fissuration pour un essai en conditions de solidification dans une ROI contenant la zone de fissuration. Cette zone de faible hauteur permet de se focaliser sur la zone critique afin de cerner quel mécanisme de propagation régit la fissuration à chaud en CS. La germination des pores apparaît éparse et peu importante, et ne se fait pas uniquement par l'extérieur de l'échantillon. Ces pores de faibles dimensions ont tendance à coalescer très rapidement tout en ayant une faible croissance individuelle. Nous voyons sur la figure qu'en 5 scans consécutifs, soit en 2 min 40 s, un seul pore est présent et cause la rupture de l'échantillon en le traversant de part en part au sein d'une zone étroite en

hauteur.

Le volume des porosités est assez faible lorsqu'elles n'ont pas encore coalescé avec une porosité voisine, cependant la ruine du matériau est obtenue rapidement après la formation des premiers pores. Un faible volume de porosités suffit donc à fissurer totalement l'échantillon, ce qui se confirme au vu de la courbe de hauteur des boîtes englobantes en fonction du temps (figure 3.46).

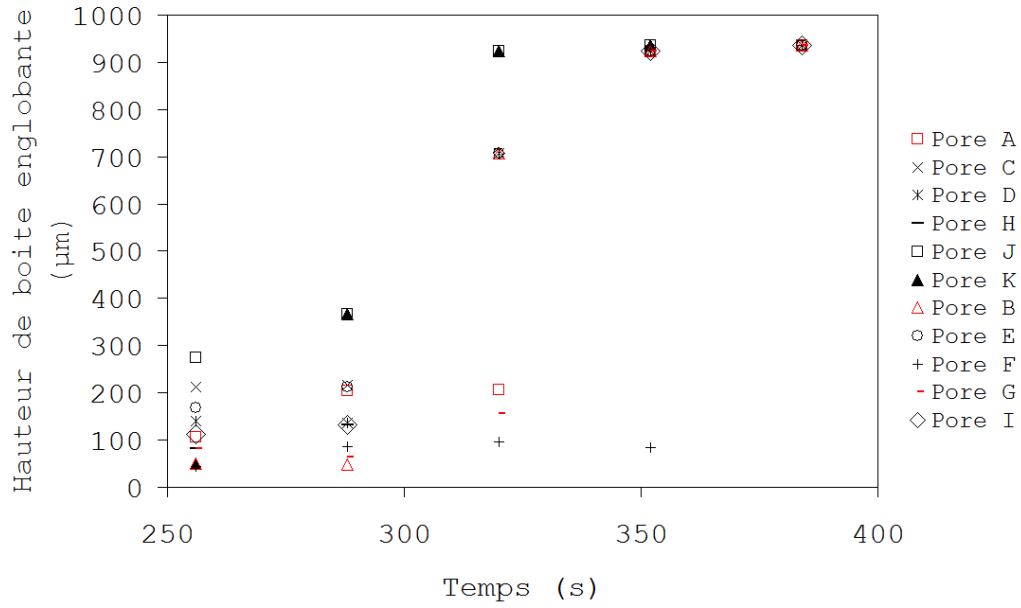


Figure 3.46 – Evolution de la dimension des boîtes englobantes des pores durant la période échantillonnée

Outre la faible hauteur des pores pris individuellement ($h \leq 280 \mu\text{m}$), les dimensions des boîtes englobantes sont plus homogènes. Les pores ont donc tendance à être contenus dans des parallélépipèdes de faibles dimensions. La courbe de la figure 3.46 montre de grandes valeurs de hauteurs de pores : cela est dû à la coalescence de pores qui ne sont pas contenus dans les mêmes couches. Le volume du pore visualisé en 3D à 848 s est de $1.09 \cdot 10^6$ voxel pour des dimensions de boîte englobante de $272 \times 888 \times 935 \mu\text{m}$ respectivement dans les directions x , y , et z . Les pores n'étant pas parallélépipédiques, les boîtes englobantes ne rendent pas forcément compte de la morphologie des pores. Nous avons suivi l'évolution de l'épaisseur moyenne selon la direction de traction de trois pores au cours de l'essai (figure 3.47). Les lettres présentes sur le graphe réfèrent aux images de la figure 3.48 correspondantes. L'erreur de mesure reportée sur le graphe est de $\pm 1.4 \mu\text{m}$.

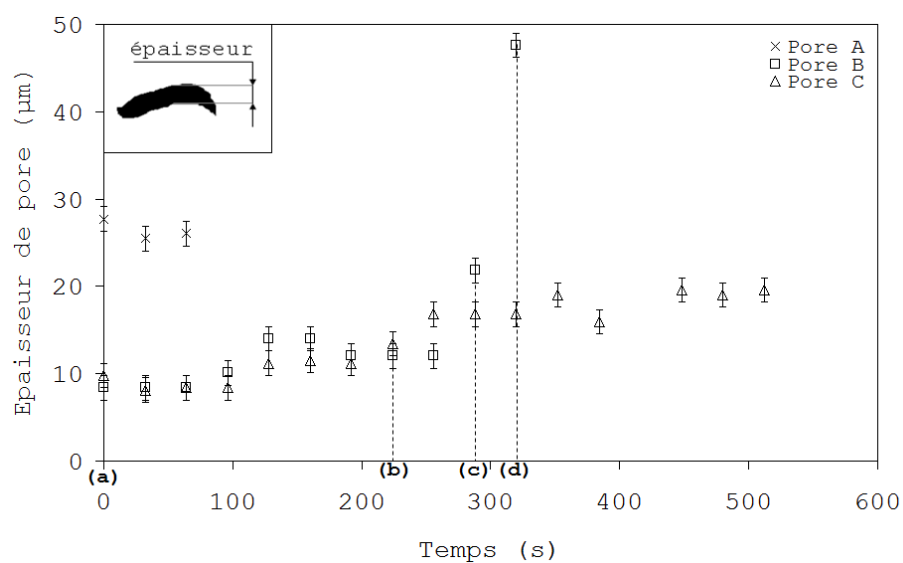


Figure 3.47 – Evolution de l'épaisseur de trois pores préexistant au cours de l'essai

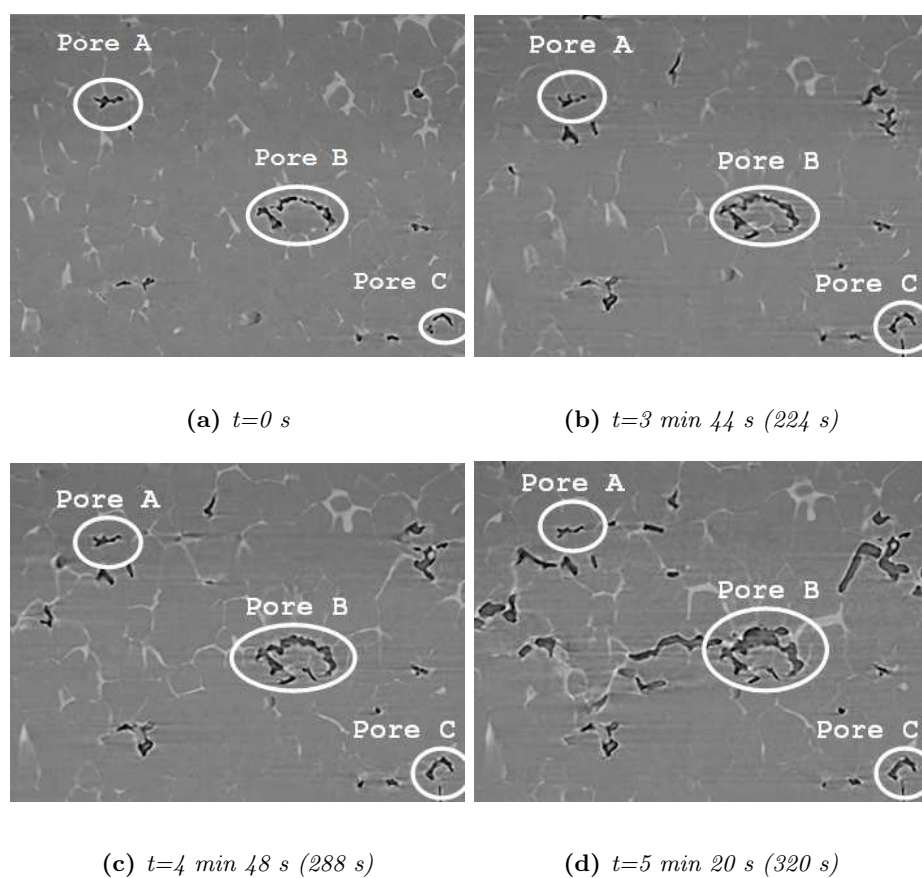


Figure 3.48 – Evolution de trois pores préexistants au cours de l'essai

Les courbes sont interrompues à partir du moment où le pore se propage dans un film de liquide, coalesce, ou se déplace trop pour correspondre aux observations attendues. Nous pouvons observer sur ce graphe que l'épaisseur des pores augmente légèrement dès le début de l'essai. Nous observons donc une déformation plastique de la structure solide avant une éventuelle propagation. La valeur de cette déformation semble dépendre de la morphologie du pore, de la répartition du liquide environnant et de la localisation des déformations. Nous pouvons constater que l'épaisseur du pore A ne varie presque pas, alors que le pore B (situé dans une zone proche de la section minimale de l'échantillon) quant à lui voit son épaisseur doubler juste avant sa propagation. Enfin, le pore C, situé sur la partie fixe de l'échantillon, double également son épaisseur mais ne se propage pas.

3.5 Discussion

Nous avons pu voir que le comportement d'un matériau à l'état semi solide soumis à un effort de traction diffère grandement selon que la température reste stable ou diminue lors de l'essai. Nous allons maintenant mettre en évidence les différents mécanismes de rupture mis en jeu lors de nos deux essais. Pour simplifier la lecture, nous noterons les conditions isothermes CI et les conditions de solidification CS.

Nous avons pu remarquer dans ce chapitre que la fissuration à chaud est un phénomène local, et que l'on peut l'étudier en suivant l'évolution du milieu semi solide. Dans un premier temps, l'enrichissement en liquide causé par la déformation hétérogène de notre échantillon est reconnu comme une zone privilégiée pour observer la formation de porosités. Dans le cas de notre essai en CI, l'enrichissement en liquide est très prononcé (figure 3.10). Il en résulte des canaux et des poches de liquide dont le diamètre peut atteindre $100\ \mu\text{m}$. Ces films ont tendance à être perpendiculaires à la direction de traction, et l'enrichissement se fait dans une grande partie de la zone utile de l'éprouvette. Lors de l'essai en CS, nous avons pu observer une microstructure plus fine (taille de grains $\sim 90\ \mu\text{m}$) présentant des grains moins globulaires qu'en CI. L'incertitude sur la température exacte de la zone imagée reste entière, ce qui peut expliquer le fait que moins de liquide est visible. Ces conditions d'essais entraînent un enrichissement en liquide limité et très localisé (figure 3.29). En effet, on voit très rapidement se former des films de liquide perpendiculaires à la direction de traction, dans une zone très étroite verticalement. Dans ce cas-ci, le diamètre maximal d'un canal ou d'une poche de liquide est de $40\ \mu\text{m}$.

Ces données montrant clairement que le rôle du liquide lors de la déformation de nos échantillons ne va pas être le même en CI qu'en CS, nous avons réalisé une étude de perméabilité afin d'extraire des valeurs de normes de champs de vitesses locaux dans notre phase liquide, peu avant et pendant la germination des premiers pores - c'est-à-dire entre 14 min 40 s (880 s) et 17 min 52 s (1072 s) pour l'essai en CI et entre 1 min 4 s (64

s) et 5 min 20 (320 s) pour l'essai en CS. Les critères de germination des pores prenant généralement en compte le manque d'alimentation en liquide au niveau local pour amorcer une fissure (modèles de Vernède-Jarry-Rappaz [Vernède et al., 2006], Sistaninia [Sistaninia et al., 2012b] par exemple), nous avons tenté de valider cette hypothèse par le calcul sur une structure réelle en cours de déformation. Des calculs de champs de vitesses locaux ont été réalisés au moyen du logiciel GeoDict sur les volumes échantillonnés définis en début de sections 3.4.1 et 3.4.2, en imposant une différence de pression entre les deux surfaces fermant le cylindre défini $\Delta P = 0.02$ Pa. Les conditions imposées sont indiquées dans l'annexe II. Les fichiers résultats permettent d'extraire des valeurs globales de perméabilité et de vitesses. Cependant, ces informations globales n'apportant pas d'éléments pertinents à l'étude de la fissuration à chaud, nous ne les présenterons pas dans ce manuscrit. Les résultats de champs de vitesse locaux obtenus par l'équation de Stokes auront un caractère qualitatif car ceux-ci ne sont générés que par une différence de pression imposée, et non pas par la déformation de notre échantillon.

Champs de vitesse locaux en CI

La visualisation de l'évolution de champs de vitesse locaux peut nous amener à tirer des conclusions quant à la limitation de l'apport en liquide dans les zones fortement sollicitées. Sur les figures suivantes, les pores apparaissent en gris, et le solide est occulté. Sous chaque image, nous avons placé l'histogramme des valeurs représentées. Sur ces histogrammes figurent également des droites à tendance horizontale, indiquant le pourcentage d'opacité des couleurs. Par exemple ici les faibles valeurs de vitesses sont transparentes pour permettre une lecture sur le volume en globalité. En effet les vitesses aux parois étant nulles, le fait de les mettre en transparence permet de mieux observer les écoulements dans le volume.

Afin d'observer cela plus localement, nous avons réalisé des images en définissant un volume plus petit. La figure 3.49 montre comment cette ROI est définie. On peut noter en observant les histogrammes de ces images qu'il y a peu de zones de très grandes vitesses de fluide. Sur le plan de coupe (A) défini sur la figure 3.50, on peut observer une hétérogénéité des champs de vitesse la poche de liquide : les vitesses sont plus élevées au niveau des canaux qui alimentent cet amas de fluide à gauche et à droite. Ces canaux s'élargissent et donc la vitesse du fluide diminue fortement. On observe cependant une chute drastique de la vitesse du fluide dans le canal d'alimentation droit sur la figure 3.50(b), qui est immédiatement suivie par la germination d'un pore (figure 3.50(c)).

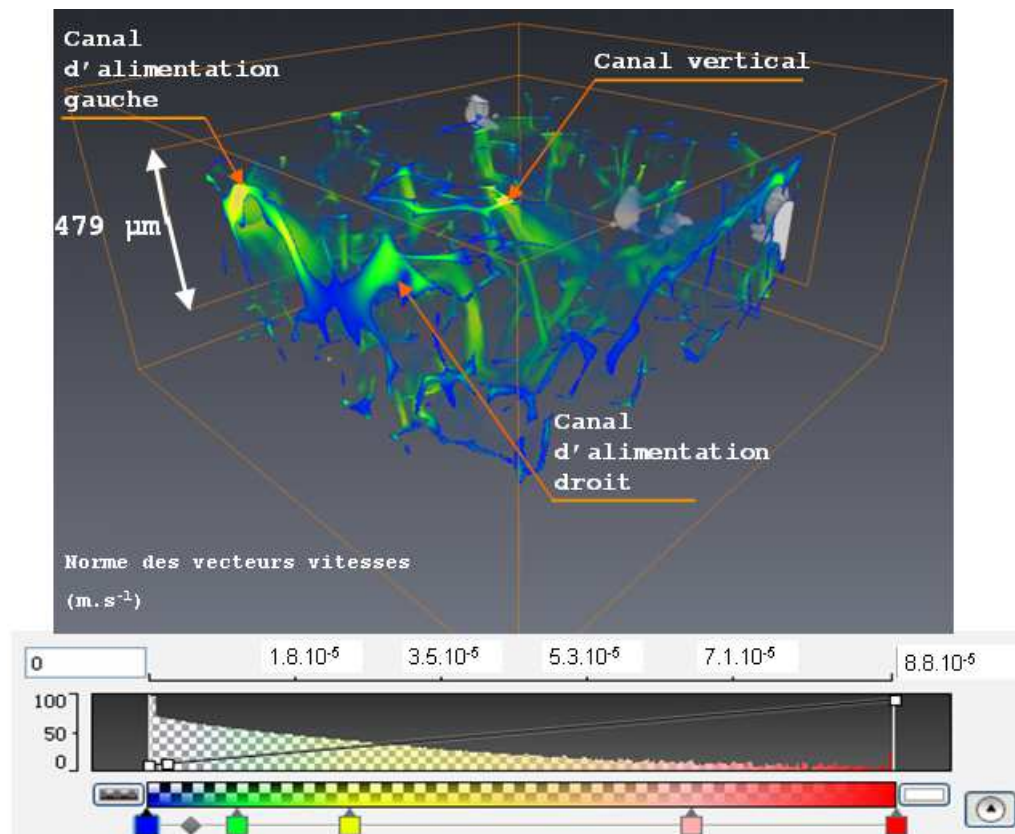
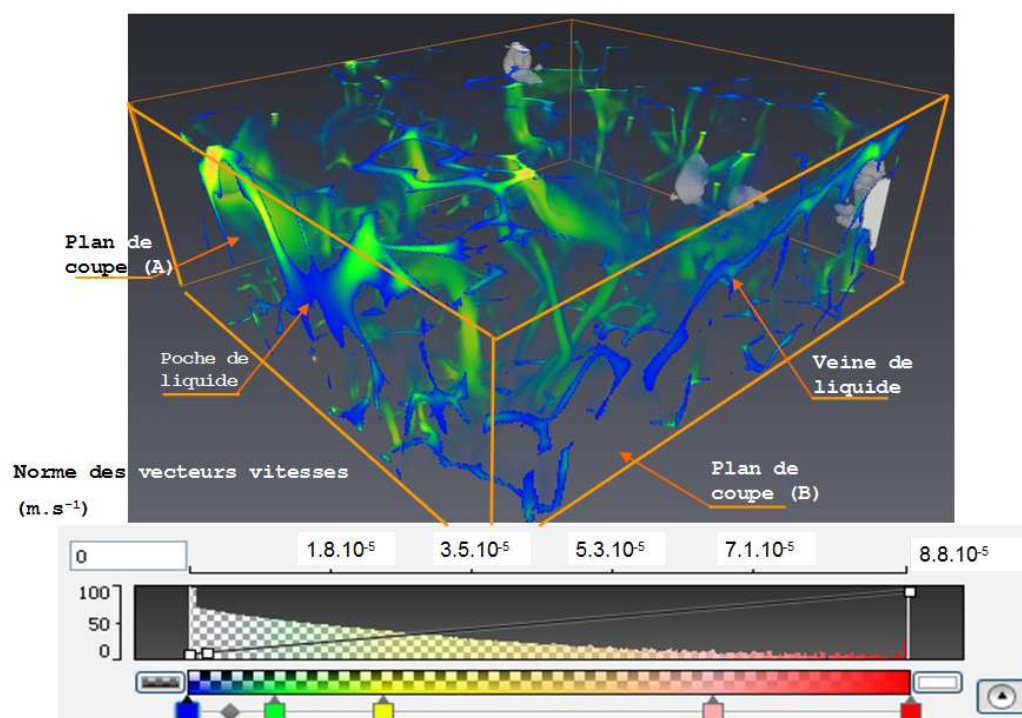
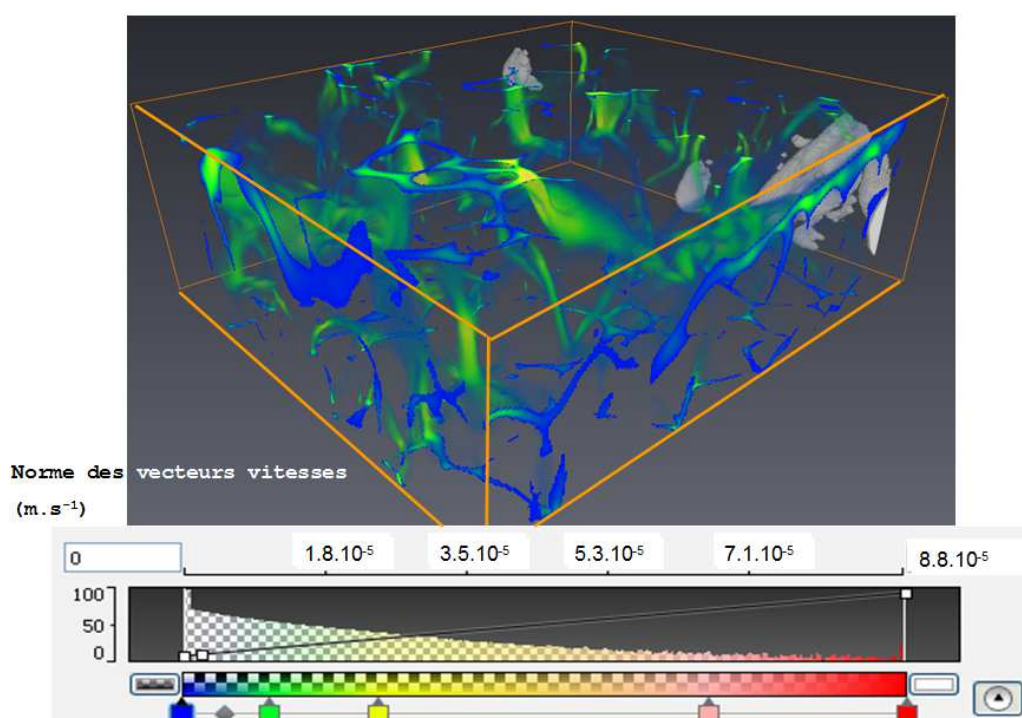


Figure 3.49 – Illustration de la définition d'une ROI dans l'essai en CI afin de mieux observer des phénomènes locaux. Le volume initial est contenu dans la boîte englobante la plus grande

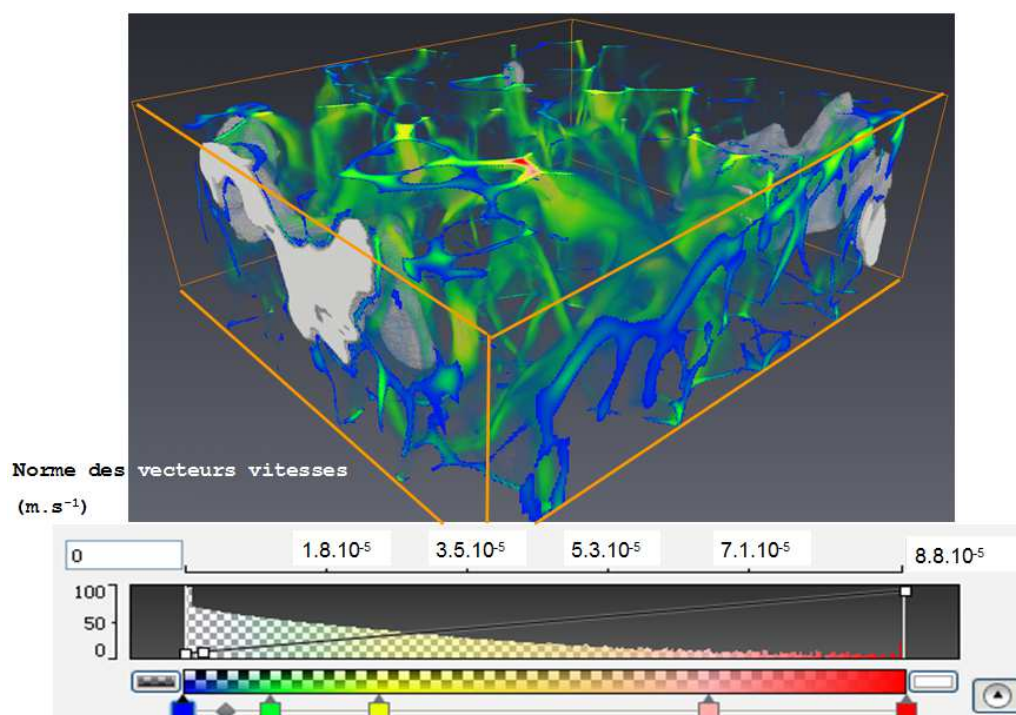
On peut également noter que les vitesses sont bien plus élevées dans le canal de gauche qui alimente la poche de liquide que dans cette poche elle même, ou encore dans le canal d'alimentation droit qui présente un diamètre plus grand. Sur cette figure, les vitesses faibles ont été mises en transparence afin de mieux visualiser les écoulements à fortes vitesses. Une hétérogénéité des vitesses au sein de la veine de liquide horizontale sur le plan de coupe (B) est par ailleurs mise en évidence. Nous pouvons de plus noter que les vitesses les plus grandes se trouvent dans les canaux verticaux si une porosité ou une poche de liquide ne se trouve pas dans leur voisinage. Les images mettent en évidence une vitesse d'écoulement croissante au cours de l'essai dans un canal vertical que l'on peut observer au centre de la face supérieure du volume. Cette étude des normes des champs de vitesse locaux montre que la formation de pores résulte effectivement d'un manque d'alimentation en liquide, et que la germination implique de grand mouvement de fluide. Une porosité qui germe dans une zone où la déformation est déjà localisée peut donc naturellement entraîner le manque d'alimentation local en liquide à son voisinage.



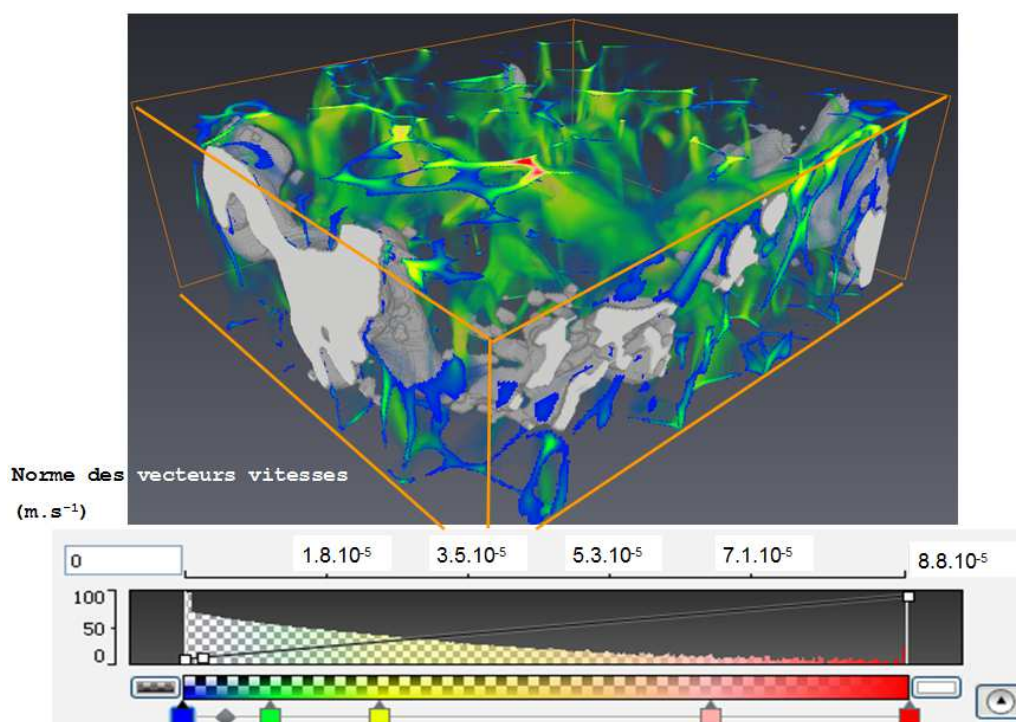
(a) 14 min 40 s (880 s)



(b) 15 min 12 s (912 s)



(c) 16 min 16 (976 s)



(d) 16 min 48 s (1008 s)

Figure 3.50 – Carte 3D des champs de vitesse locaux en quatre instants de l'essai en CI

Des observations similaires ont été effectuées en CS.

Champs de vitesse locaux en CS

Comme nous avons pu le constater pour l'essai en CI, l'étude des écoulements de fluide au sein du squelette solide permet d'obtenir des informations non négligeables sur les flux de liquide intervenant lors de la déformation, notamment lorsque la fissuration est sur le point de se produire. Nous avons donc naturellement réalisé une démarche semblable à celle que nous venons de présenter pour l'essai en CS. Sur les images que nous allons commenter, les pores apparaissent en gris, et le solide est transparent. La figure 3.51 met en évidence les hétérogénéités d'intensité des champs de vitesse locaux dans le liquide lors les essais en CS.

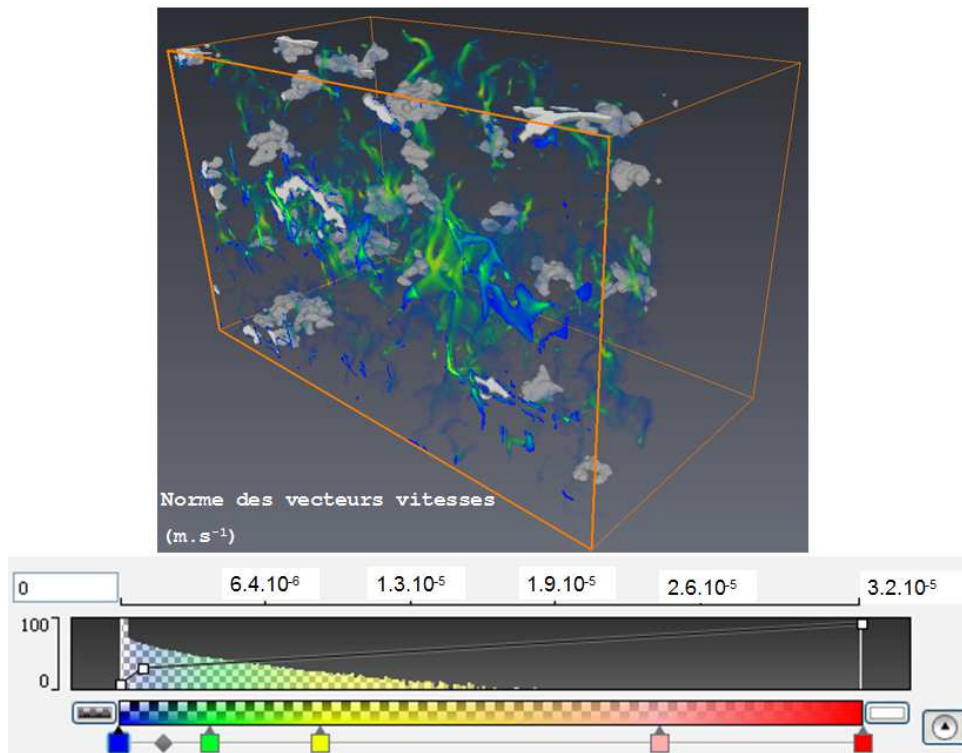


Figure 3.51 – Carte 3D des champs de vitesse locaux à $t=1 \text{ min } 4 \text{ s}$ (64 s) lors de l'essai en CS

L'étude d'une ROI définie sur la figure 3.52 montre que les normes des vecteurs vitesse sont globalement faibles et n'augmentent que très peu avant la germination d'un pore (figure 3.53(a) à 3.53(c)). Cela étant, la formation d'une cavité entraîne de grands mouvements de fluides, mis en évidence sur la figure 3.53(d). Cette même figure montre que les écoulements rapides se font, comme attendu, de préférence verticalement.

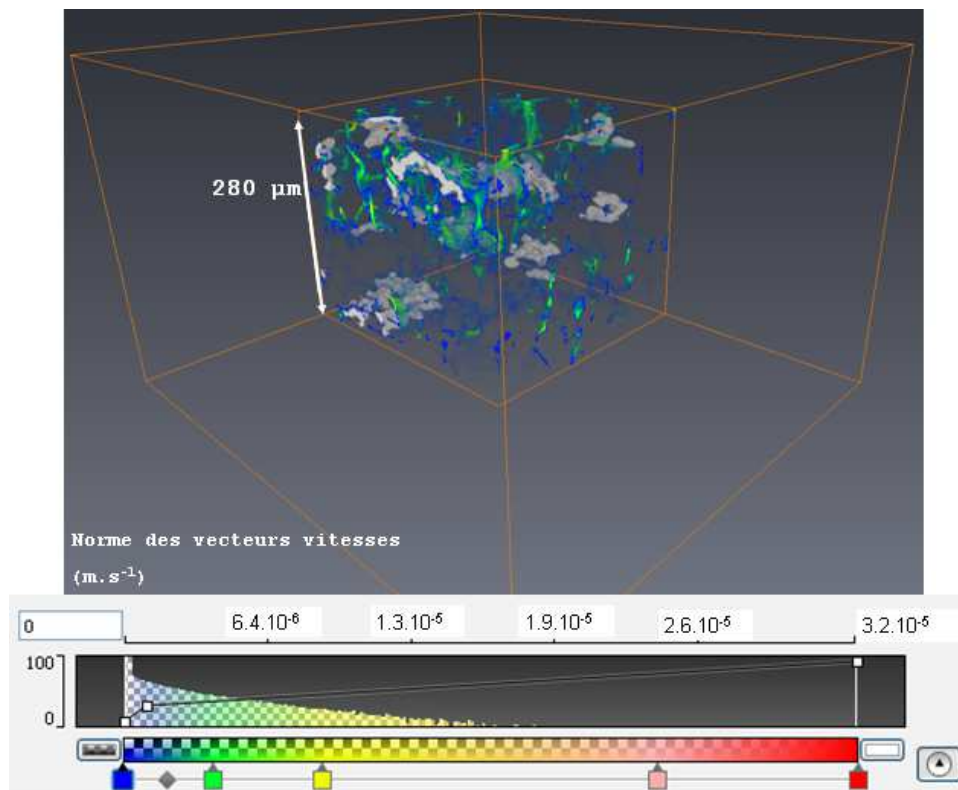
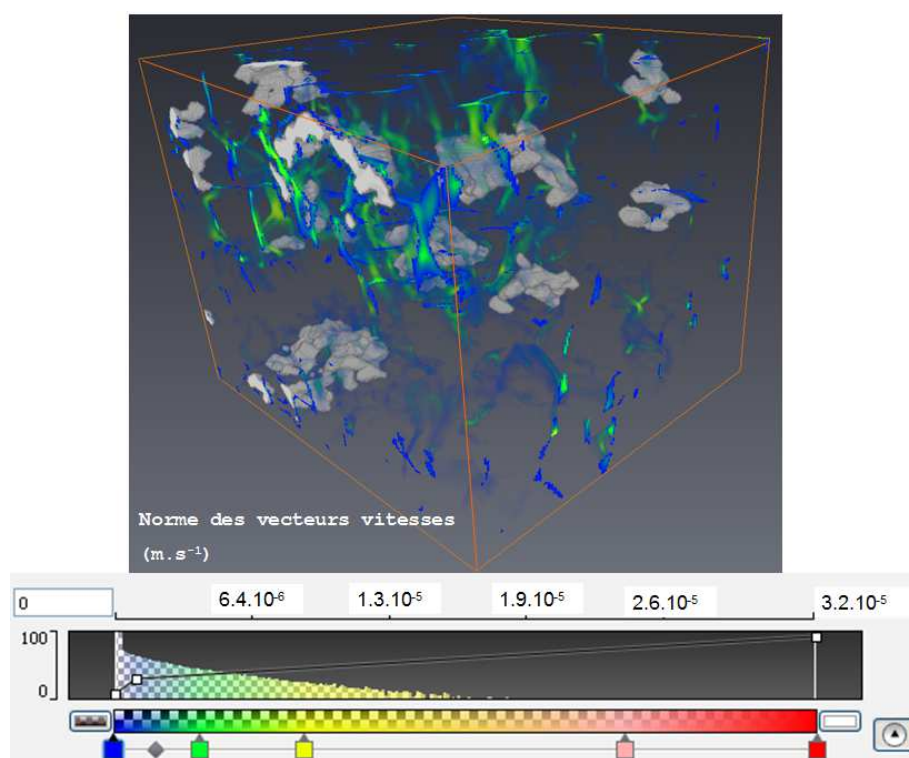


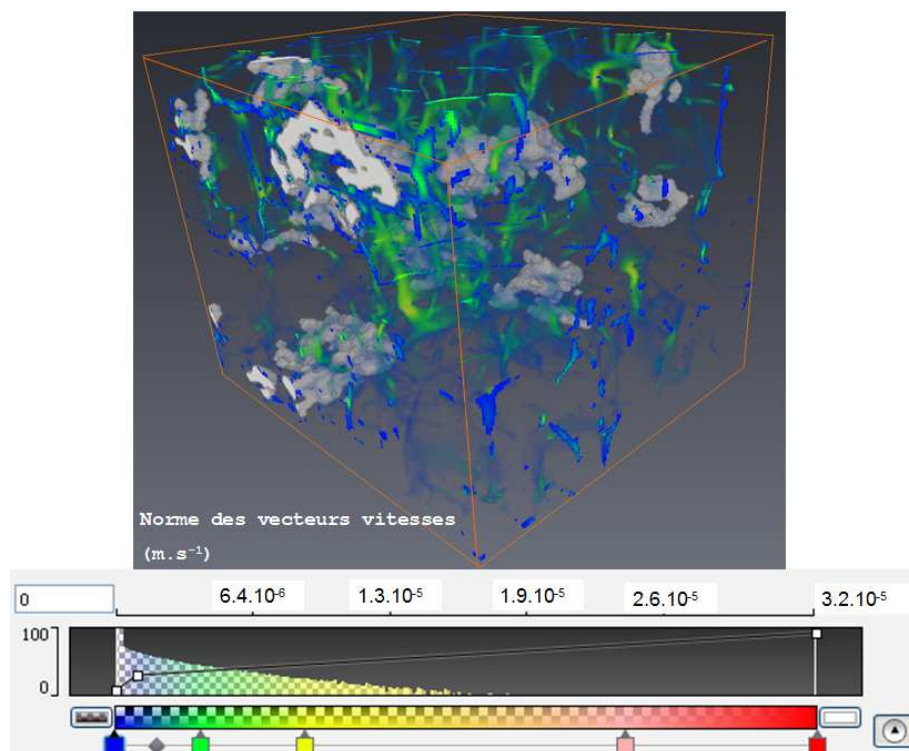
Figure 3.52 – Illustration de la définition d'une ROI dans l'essai en CS afin de mieux observer des phénomènes locaux. Le volume initial est contenu dans la bounding box la plus grande

Ces images nous montrent donc, et particulièrement en CI, que les porosités naissent dans des zones où l'alimentation en liquide fait effectivement défaut. En CI, nous avons vu qu'un canal avait cessé d'alimenter la poche de liquide qui par la suite a dégénéré en porosité, mais aussi qu'une veine de liquide a été un site de germination de pores. Ce dernier cas s'explique par le fait que peu de canaux verticaux alimentent cette zone, qui nécessite un fort apport de liquide pour compenser la déformation subie en raison de son étendue.

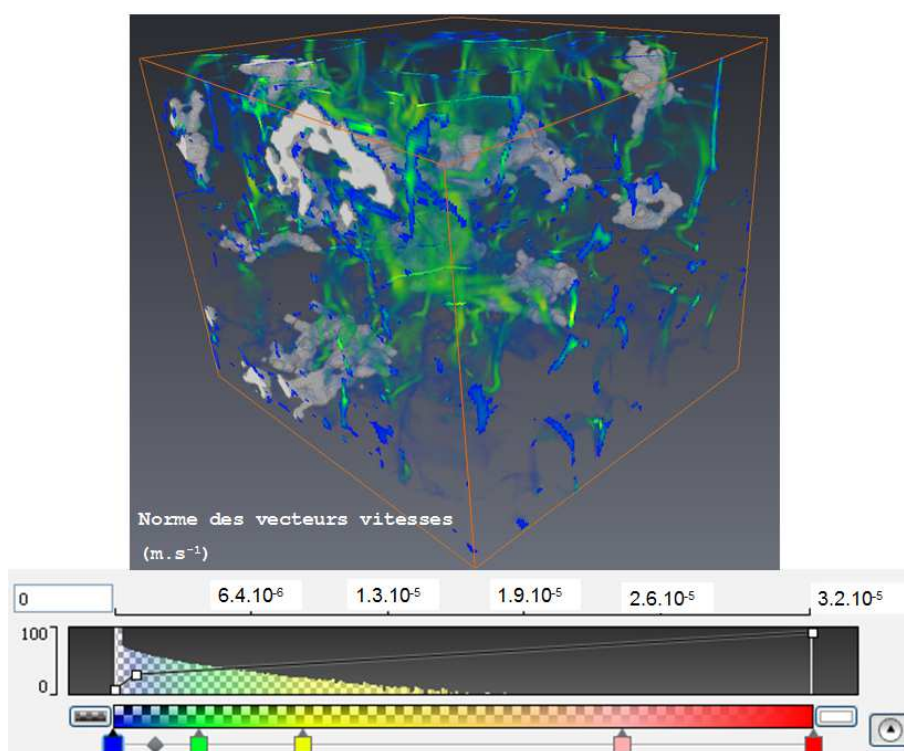
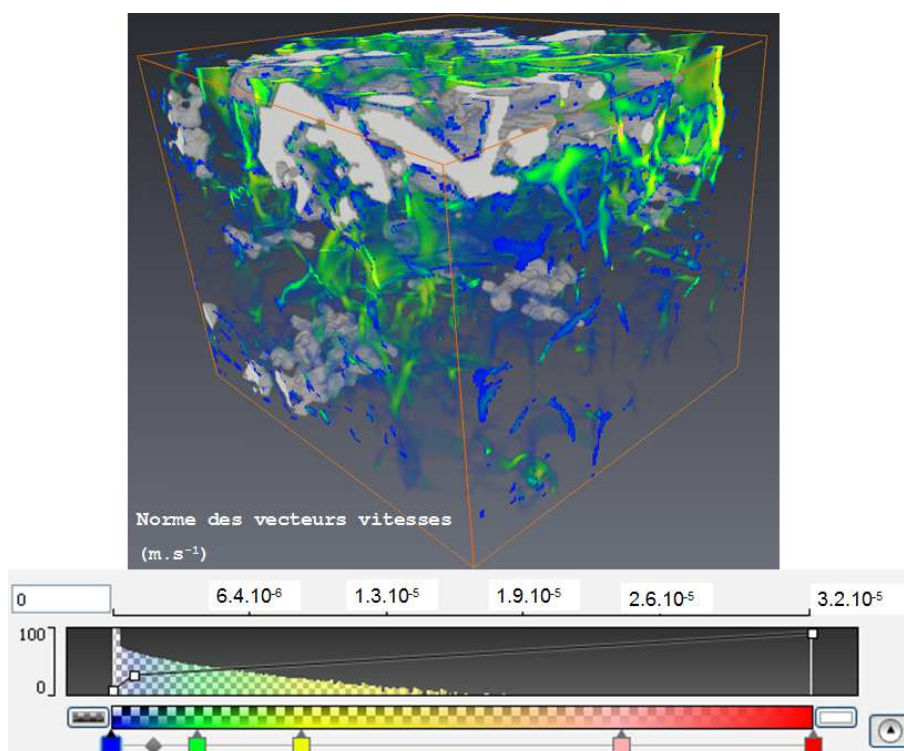
Nous pouvons noter également que la germination d'une porosité génère une légère augmentation des vitesses du fluide à son voisinage. En CS, les pores sont formés dans les canaux les plus larges (qui restent cependant de tailles moindres que les canaux présents en CI). La différence de pression imposée est la même qu'en CI, cependant nous observons des vitesses d'écoulement plus faibles. Bien que la taille réduite des canaux impose une accélération du fluide pour un débit constant, la tortuosité de la microstructure en CS, ainsi que le faible diamètre des canaux verticaux expliquent le résultat obtenu. La germination d'un pore entraîne une augmentation brutale des vitesses dans le liquide environnant pouvant causer un manque d'alimentation locale en liquide au voisinage du site de germination.



(a) $t=1 \text{ min } 4 \text{ s } (64 \text{ s})$



(b) $t=3 \text{ min } 4 \text{ s } (224 \text{ s})$

(c) $t=4 \text{ min } 16 \text{ s } (256 \text{ s})$ (d) $t=5 \text{ min } 20 \text{ s } (320 \text{ s})$ **Figure 3.53** – Carte 3D des champs de vitesse locaux en quatre instants de l'essai en CS

A la lumière de ces observations, les mécanismes de rupture des échantillons en CI et en CS sont prévisibles. En effet, en CI, les flux de liquide sont très importants et retardent la formation de pores dans l'éprouvette. Les scans étant espacés de 32 s, il convient de rappeler qu'il est difficile d'avoir une certitude quant au mécanisme de rupture. La germination semble cependant être un phénomène très limité, et les porosités auraient tendance à croître et/ou à coalescer rapidement. Le phénomène mis en évidence sur la figure 3.23 montre que lors de cet essai, le liquide joue un rôle particulièrement important dans le retardement de la fissuration à chaud. Les pores sont disséminés dans toute la zone imagée et participent tous à la ruine du matériau. Nous n'avons pas prolongé l'essai jusqu'à la rupture de l'échantillon. En CS, le mécanisme de fissuration à chaud semble être une croissance de quelques pores suivie rapidement par leur coalescence. ceci peut s'expliquer par le fait que la formation de porosités perturbe les écoulement de liquide et provoquent un manque d'alimentation local, créant ainsi une zone propice pour la germination ou la croissance de pores.

Modèles de fissuration à chaud

Les éléments que nous avons apportés à l'étude du comportement d'un matériau à l'état pâteux soumis à un effort de traction nous permettent de confronter l'expérience à la modélisation. Dans un premier temps nous comparerons nos résultats à des modèles analytiques, puis nous montrerons les comparaisons que l'on peut réaliser entre expériences et simulations numériques

Comparaison de l'expérience avec deux modèles analytiques

Le modèle de Lahaie-Bouchard [Lahaie & Bouchard, 2001] décrit dans le chapitre 1 propose également une modélisation 2D de la fissuration à chaud au sein d'une structure homogène de grains hexagonaux. La figure 3.54 montre la structure hexagonale utilisée pour les calculs. La déformation imposée à la structure est définie dans l'équation 3.1.

$$\varepsilon = \frac{h_h - h}{a\sqrt{3}} \quad (3.1)$$

Avec h_h l'épaisseur des films horizontaux, $a = d(\pi^2/108)^{1/4}$ le paramètre de taille de grains (où d est la taille de grains), $h = a\sqrt{3}(\frac{1-f_s^m}{f_s^m})$ l'épaisseur des films de liquide avant déformation et m un coefficient géométrique égal à 1/2 en 2D, ainsi qu'en 3D avec une structure colonnaire, ou égal à 1/3 en 3D équiaxe.

La taille maximale des canaux horizontaux est atteinte lorsque la taille des canaux inclinés est de l'ordre de 1 nm. En dessous de cette valeur, l'écoulement du liquide est considéré impossible entre les joints de grains. Cela se traduit par l'existence d'une

déformation maximale définie par l'équation 3.2. La germination de porosités est prise en compte et intervient lorsqu'une contrainte critique est atteinte dans les films horizontaux - en posant l'hypothèse que la déformation est homogène dans ces mêmes films. Cette contrainte d'initiation de la fissuration est définie dans l'équation 3.3 et s'appuie sur la pression de Young-Laplace nécessaire pour séparer deux plaques infinies entre lesquelles il existe un film de liquide.

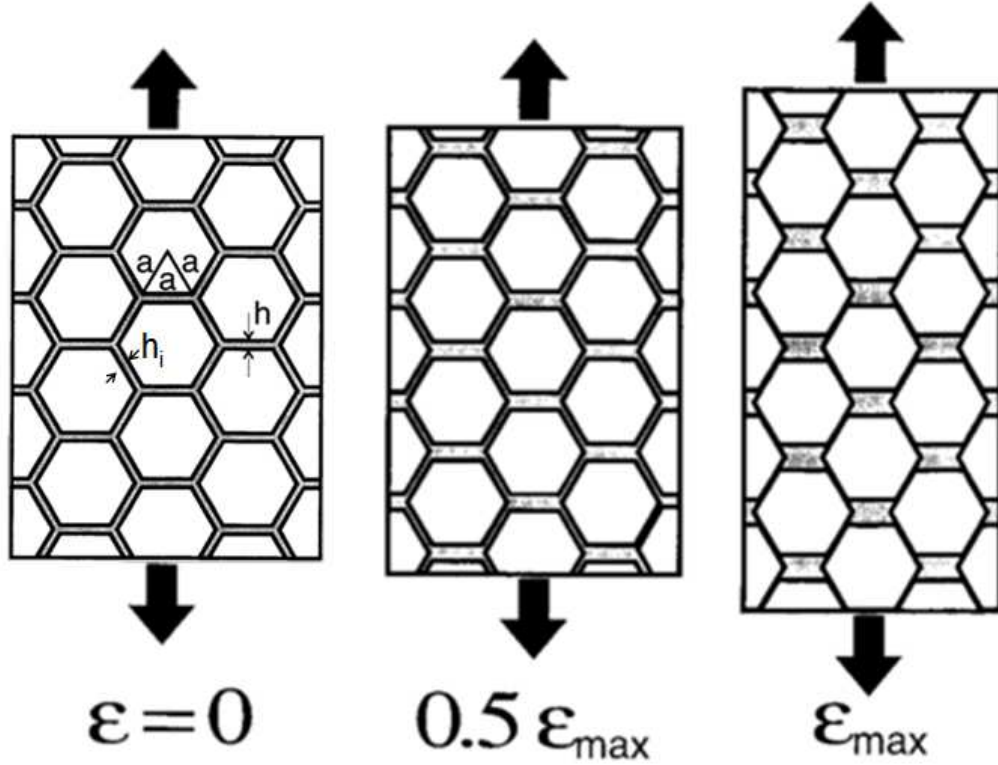


Figure 3.54 – Illustration de la structure utilisée et sa déformation par le modèle Lahaie-Bouchard (d'après [Lahaie & Bouchard, 2001])

La déformation maximale est définie par l'équation suivante :

$$\varepsilon_{max} = 2 \frac{1 - f_s^m}{f_s^m} \quad (3.2)$$

La contrainte d'initiation de la fissuration :

$$\sigma_i = \frac{4\gamma_{l/g}}{3h} \left(1 + \left(\frac{f_s^m}{1 - f_s^m} \right) \varepsilon \right)^{-1} \quad (3.3)$$

Avec $\gamma_{l/g}$ le coefficient de tension superficielle et f_s la fraction de solide.

Nous avons également vu dans le chapitre 1 que Giraud [Giraud, 2010] a développé un modèle 2D de la déformation d'un alliage à l'état semi solide. Nous rappelons que dans

ce cas les grains sont considérés comme des rectangles indéformables et sont tous séparés par une épaisseur de liquide initialement homogène. La figure 3.55 montre la structure considérée ainsi que les différents paramètres intervenant dans ce modèle. Une fois la déformation appliquée, les épaisseurs des films horizontaux e_H et celle des films verticaux e_V varient. La déformation est répartie de manière homogène dans tout le liquide du domaine simulé. Les équations régissant la variation des épaisseurs des différents films de liquide selon ce modèle sont rappelées ci dessous.

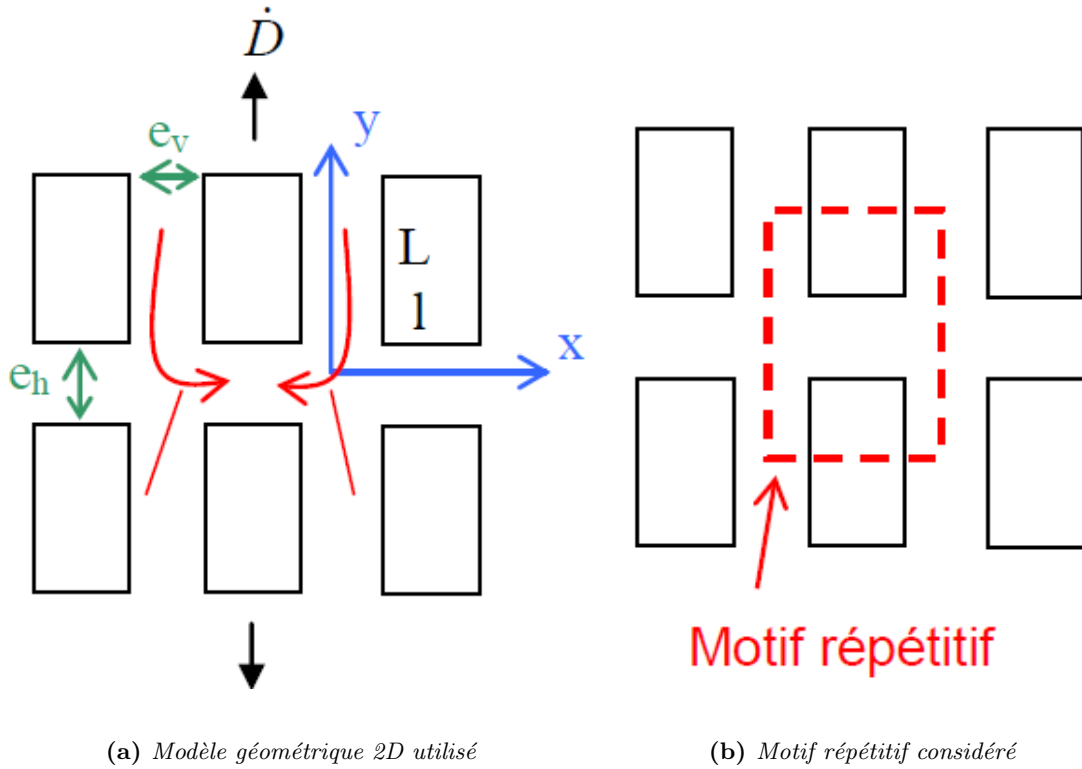


Figure 3.55 – Illustration du modèle de Giraud utilisé pour déterminer les différentes épaisseurs [Giraud, 2010]

Epaisseur initiale des films de liquide :

$$e_0 = \frac{(1 - Fs)Ll}{Fs(L + l)} \quad (3.4)$$

Avec Fs la fraction de solide du milieu. Epaisseur des films horizontaux :

$$e_H = e_0 + \frac{D}{N - 1} \quad (3.5)$$

Où D est le déplacement, N est le nombre de grains sur la longueur déformée.

Epaisseur des films verticaux :

$$e_V = e_0 - \frac{Dl}{(N-1)L} \quad (3.6)$$

Epaisseur critique des films de liquide verticaux :

$$e_{Vf} = \left[\frac{4\eta Ll\dot{D}}{(N-1)(P_M + P_C)} \right]^{1/3} \quad (3.7)$$

Où η est la viscosité du liquide, P_M et P_C sont les pressions respectivement métallostatique et de cavitation. Cette épaisseur critique est atteinte lorsque le liquide ne peut plus s'écouler dans les films verticaux. Sa valeur est donc généralement faible et dépend de la vitesse de déplacement imposée.

On obtient une expression de l'épaisseur horizontale critique en combinant les équations 3.6, 3.5, et 3.7 :

$$e_{Hf} = \left[\frac{4\eta Ll\dot{D}}{(N-1)(P_M + P_C)} \right]^{1/3} + \frac{D}{N-1} \left(1 - \frac{l}{L} \right) \quad (3.8)$$

La pression de cavitation découlant de l'épaisseur critique verticale issue du modèle est calculée au moyen de l'équation 3.9.

$$P_c = \frac{4\eta Ll\dot{D}}{(N-1)e_{Vf}^3} - P_M \quad (3.9)$$

Avec η la viscosité du liquide, L et l respectivement la longueur et le largeur des grains, \dot{D} la vitesse de traverse, N le nombre de grains sur la longueur déformée, e_{Vf} l'épaisseur des films de liquide au moment de la formation du pore, et P_M la pression métallostatique.

Ces deux modèles offrant une modélisation simple de la fissuration à chaud, nous les avons comparés à l'expérience. La figure 3.56 propose une synthèse des équations régissant les modèles de Lahaie-Bouchard et de Giraud, ainsi que les paramètres choisis et calculés pour les comparaisons avec l'expérience.

	Lahaie-Bouchard 2D	Lahaie-Bouchard 3D	Giraud (isotherme)
η (Pa.s)	10^{-3}	10^{-3}	10^{-3}
P_C (Pa)	-	-	80.10^3
P_M (Pa)	-	-	$1.013.10^5$
conservation du liquide	$2h_i + h_h = 3h$	$2h_i + h_h = 3h$	$e_h l + e_v(L + e_h) = e_0(L + l)$
\dot{D} ($\mu\text{m.s}^{-1}$)	0.25	0.25	0.25
ε - D	$(\dot{D}t)/L_0$	$\dot{D}t/L_0$	$\dot{D}t$
f_s - Fs	0.87	0.87	0.87
d (μm)	100	100	-
L=l (μm)	-	-	100
N	-	-	10
L_0 (μm)	1000	1000	-
h - e_0	$h = a\sqrt{3}\left(\frac{1 - f_s^{1/2}}{f_s^{1/2}}\right)$	$h = a\sqrt{3}\left(\frac{1 - f_s^{1/3}}{f_s^{1/3}}\right)$	$\frac{(1 - Fs)Ll}{Fs(L + l)}$
h_h - e_H	$\varepsilon a\sqrt{3} + h$	$\varepsilon a\sqrt{3} + h$	$e_0 + \frac{D}{N - 1}$
h_i - e_V	$\frac{3h - h_h}{2}$	$\frac{3h - h_h}{2}$	$e_0 - \frac{Dl}{(N - 1)L}$
$e_{Hf} - h_{hmax}$	$2\frac{1 - f_s^{1/2}}{f_s^{1/2}}a\sqrt{3} + h$	$2\frac{1 - f_s^{1/3}}{f_s^{1/3}}a\sqrt{3} + h$	$\left[\frac{4\eta Ll\dot{D}}{(N - 1)(P_M + P_C)}\right]^{1/3} + \frac{D}{N - 1}\left(1 - \frac{l}{L}\right)$

Figure 3.56 – Synthèse des différents équations et paramètres utilisés pour la comparaison avec l'expérience

Nous obtenons des résultats en 2D et en 3D avec le modèle de Lahaie-Bouchard consignés sur la figure 3.57. Les résultats obtenus avec le modèle de Giraud sont également reportés sur ce graphe pour réaliser la comparaison avec l'expérience. Nous pouvons voir sur cette figure que les modèles donnent des résultats très semblables en termes de pentes observées. Le passage du modèle de Lahaie-Bouchard à la 3D change l'épaisseur initiale des films de liquide, mais ne présente pas d'amélioration notable quant à l'adéquation avec l'expérience. Les différentes valeurs obtenues au moyen des modèles ainsi que par l'expérience sont reportées sur la figure 3.58. Les résultats issus de la modélisation sont similaires en termes de vitesses de croissance ou de taille de canal critique, cependant, aucun modèle proposé ne donne de résultat validé par l'expérience. Au vu de notre vitesse d'accroissement de $0.0516 \mu\text{m.s}^{-1}$ et de la vitesse de traverse imposée de $\dot{D} = 0.25 \mu\text{m.s}^{-1}$, il apparait nécessaire de modifier certains aspects des modèles. En effet, ceux-ci montrent une augmentation de l'épaisseur des films de liquide dès le départ de l'essai alors qu'expérimentalement nous observons une valeur constante jusqu'à 656 s en conditions isothermes, suivie d'une croissance rapide. Le décalage temporel observé entre les courbes du modèle et de l'expérience est sans doute dû au fait que le matériau est déformé de manière homogène en début d'essai, ce qui n'est pas pris en compte par les modèles présentés. Cette localisation soudaine de la déformation peut s'expliquer par le fait que puisque l'état semi solide a été atteint en refusion, il existe de nombreux ponts solides entre les grains qu'une déformation suffisante finit par briser. **Il y a donc une déformation homogène dans**

notre matériau avant la localisation de celle-ci, elle même causée par la rupture de ponts solide conduisant à la formation de films de liquide intergranulaires (illustration sur la figure 3.59)

Par ailleurs, les vitesses de croissance obtenues par les modèles sont comprises entre $2.38.10^{-2}$ et $2.50.10^{-2} \mu\text{m.s}^{-1}$ au lieu de $0.052 \mu\text{m.s}^{-1}$ expérimentalement. De plus, les valeurs d'épaisseurs à saturation prévues par les modèles vont de 13.6 à 18.3 μm et sont très inférieures à la valeur expérimentale est de l'ordre de 30 μm . Une modification des modèles parait donc indispensable si l'on veut s'approcher des résultats expérimentaux. Le modèle de Lahaie-Bouchard étant un modèle géométrique ne tenant pas compte des propriétés d'écoulement du liquide, nous avons tenter d'utiliser le modèle de Giraud afin de le valider par l'expérience en cas de localisation de la déformation. Nous rappelons le principe du modèle de Giraud traduisant une déformation répartie de manière homogène sur tous les films de liquide intergranulaires sur la figure 3.60.

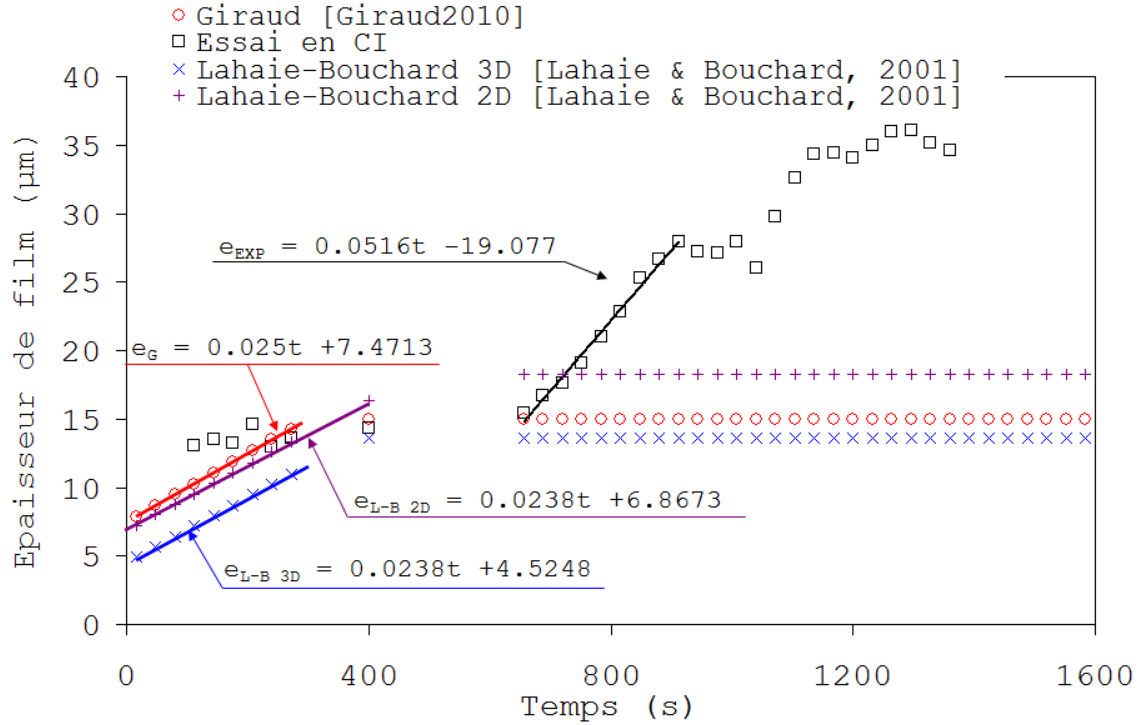


Figure 3.57 – Tracés des courbes expérimentale et des modèles de Giraud, et de Lahaie-Bouchard en 2D et 3D. $\dot{D} = 0.25 \mu\text{m.s}^{-1}$

	Lahaie-Bouchard 2D	Lahaie-Bouchard 3D	Giraud	Expérience (CI)
$h_{max} - e_{Hf}$ (μm)	18.3	13.6	14.9	28.0
vitesse de croissance ($\mu\text{m.s}^{-1}$)	0.0238	0.0238	0.025	0.0516

Figure 3.58 – Synthèse des valeurs clés issues des modèles présentés et de l'expérience pour $\dot{D} = 0.25 \mu\text{m.s}^{-1}$

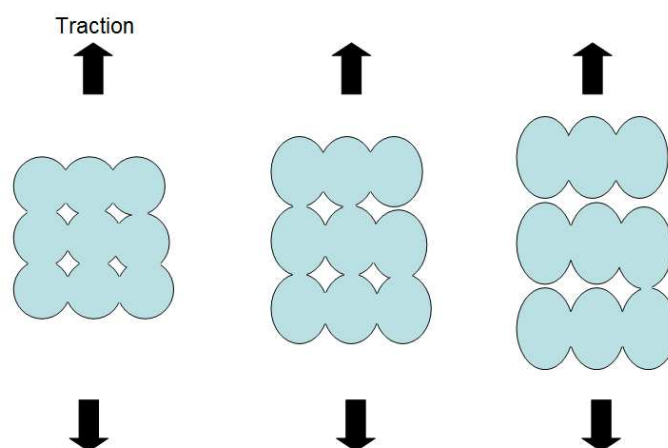


Figure 3.59 – Illustration de la déformation homogène du matériau avant la rupture de ponts solides

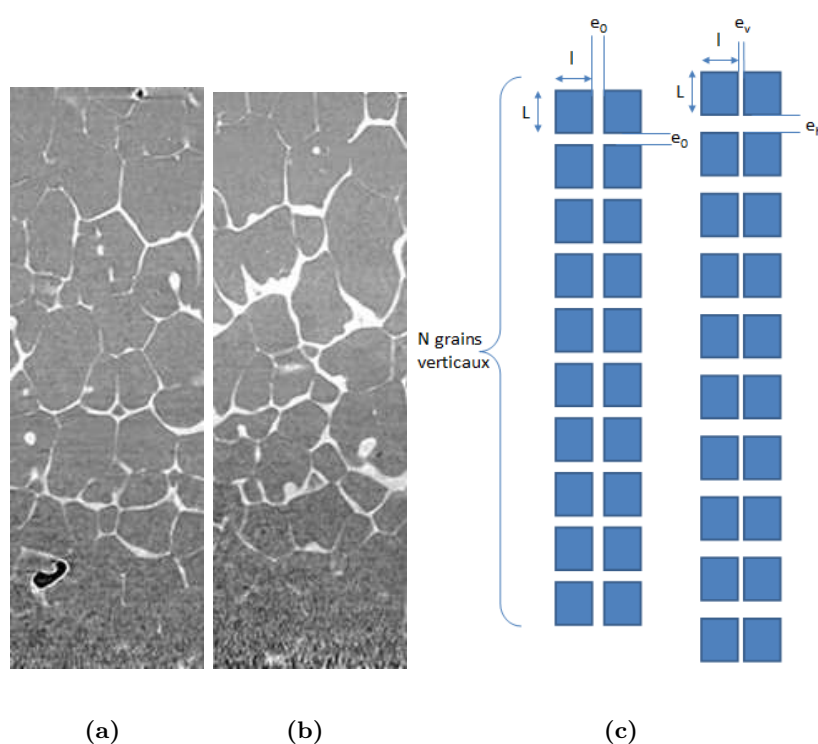


Figure 3.60 – Illustration du modèle de Giraud original

La prise en compte d'une localisation de la déformation dans le modèle de Giraud a tout d'abord été réalisée en appliquant le modèle sur une longueur déformée contenant 3 grains (donc 2 films de liquide), comme l'illustre la figure 3.61. La figure 3.62 montre le résultat obtenu en considérant cette structure en déformation.

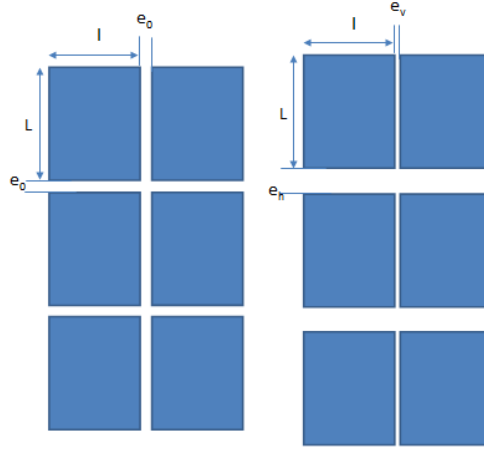


Figure 3.61 – Illustration du modèle de Giraud pour une longueur déformée contenant trois grains

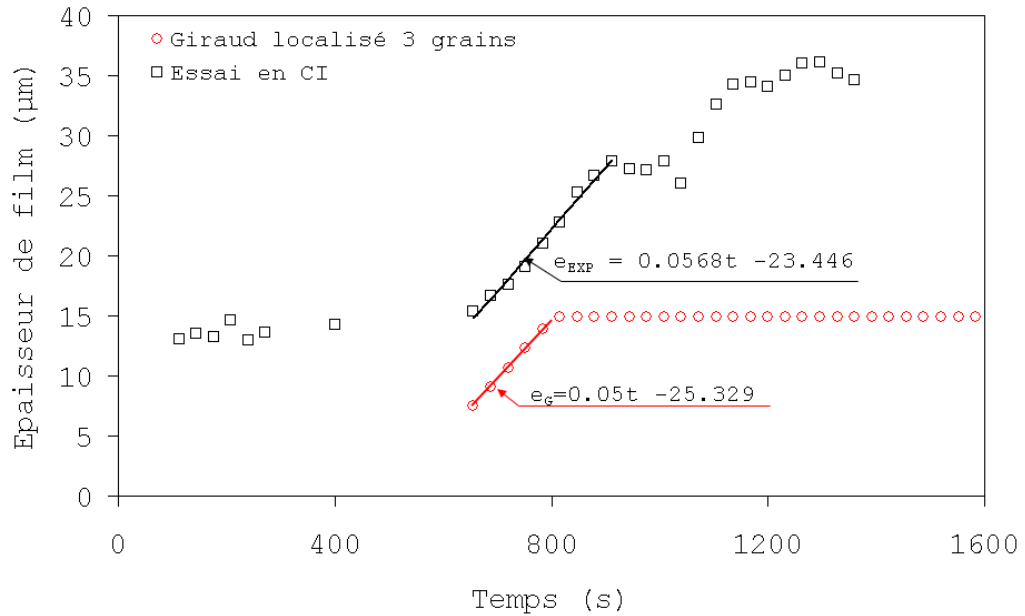


Figure 3.62 – Epaisseur de film en fonction du temps au cours de l'essai en CI. Déformation répartie de manière homogène dans le liquide sur une longueur déformée comportant 3 grains, $\dot{D} = 0.25 \mu\text{m.s}^{-1}$

La pente observée pour le modèle est identique à la pente expérimentale. Cependant, la valeur de l'épaisseur horizontale critique e_{Hf} est bien inférieure à celle obtenue expérimentalement. Cette approche de la localisation de la déformation ne permet pas la validation du modèle par l'expérience. Nous avons tenté de localiser la déformation d'une autre manière. En effet, considérer une déformation sur une longueur contenant trois grain n'est pas représentatif de l'expérience. Nous avons choisi de modéliser la déformation d'une structure contenant 10 grains sur la longueur, cependant la déformation est localisée dans

quelques films de liquide horizontaux parmi les 9 existants, ce qui correspond assez bien à ce que nous observons. La figure 3.63 décrit la façon dont la structure est déformée.

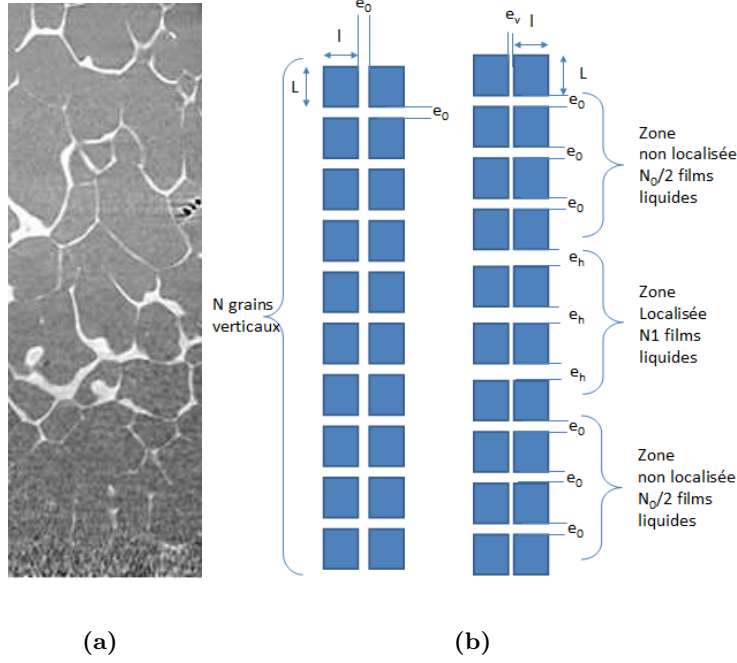


Figure 3.63 – Illustration du modèle de Giraud modifié pour prendre en compte la localisation de la déformation

Le modèle de Giraud doit donc être modifié afin de prendre en compte la localisation de la déformation. Le bilan de liquide s'écrit maintenant comme suit :

$$N(e_0l + e_0(L + e_0)) = N_0(e_0l + e_v(L + e_0)) + N_1(e_hl + e_v(L + e_h)) \text{ avec } N = N_0 + N_1 + 1 \quad (3.10)$$

Où N_0 est le nombre de films de liquide dont l'épaisseur reste constante, N le nombre de grains sur la longueur déformée, et N_1 le nombre de films de liquide sur lesquels est localisée la déformation.

L'épaisseur horizontale s'écrit donc désormais :

$$e_{hloc} = \frac{Ne_0(l + L) - N_0e_0l - (N_0L + N_1l)e_v}{N_1l} \quad (3.11)$$

On considère que la pression métallogstatique est atteinte en $y = \frac{N}{2}L$, donc :

$$\frac{\dot{D}}{N_1} = \frac{e_v^2}{8\eta l} \frac{dP}{dy} \text{ avec } \frac{dP}{dy} = \frac{P(y) - P_M}{y - \frac{N}{2}L} \quad (3.12)$$

En considérant que la pression de cavitation est atteinte pour $y = 0$ on obtient :

$$e_{Vf} = \left(\frac{4\eta l \dot{D} N}{N_1 (P_C + P_M)} \right)^{1/3} \quad (3.13)$$

L'épaisseur critique horizontale est obtenue en combinant les équations 3.11 et 3.13. Les résultats obtenus sont consignés sur la figure 3.64. Un décalage en temps a été ajouté au modèle afin de le faire correspondre à l'expérience. Il traduit la nécessité de briser des ponts solides pour entrer dans le domaine de validité du modèle. Le lecteur pourra noter que la courbe obtenue pour $N_1 = 4$ est celle qui correspond le mieux à l'expérience tant au niveau de la vitesse de croissance que pour la valeur d'épaisseur critique. Ce nombre de films sur lesquels se localise la déformation est cohérent avec les images de la figure 3.63.

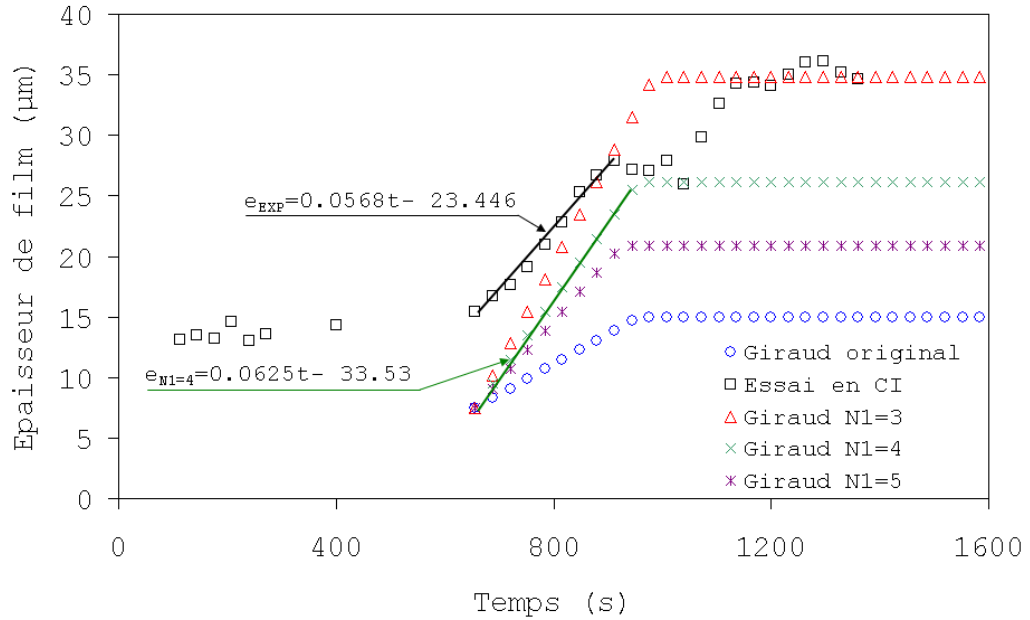


Figure 3.64 – *Epaisseur des 3, 4 ou 5 films subissant la déformation au cours du temps. Longueur déformée contenant 10 grains. $\dot{D} = 0.25 \mu m.s^{-1}$*

Giraud a utilisé des équations semblables pour le cas isotherme et celui de la solidification. Dans le cas de l'essai en CS, nous prendrons également nos valeurs expérimentales concernant la température. La prise en compte de la solidification implique une dépendance en fraction de solide de l'épaisseur initiale des films de liquide. Ainsi $e_0(F_s)$ est définie par l'équation suivante :

$$e_0(F_s) = \frac{(1 - F_s)Ll}{F_s(L + l)} \quad (3.14)$$

Où F_s est calculée selon la loi de Scheil.

De même, la variation d'épaisseur des films induite par la solidification s'écrit :

$$\dot{e} = \frac{de_0}{dt} = \frac{-Ll\dot{f}_s}{f_s^2(L+l)} \quad (3.15)$$

Et donc l'épaisseur des films horizontaux peut s'écrire comme suit :

$$e_h = e_0(F_s) + \left(\dot{e} + \frac{\dot{D}}{N-1}\right)t \quad (3.16)$$

L'équation de l'épaisseur de films horizontaux à saturation est rappelée dans l'équation 3.17.

$$e_{Hf} = \left(\frac{4\eta Ll}{P_M + P_C} \left(\dot{e} + \frac{\dot{D}}{N-1}\right)\right)^{1/3} + \frac{D}{(N-1)L}(L+l) \quad (3.17)$$

Le résultat obtenu au moyen de cette équation est une épaisseur horizontale à saturation de $e_{Hf} = 23.9 \mu\text{m}$ lorsque les courbes de e_H et e_{Hf} se coupent, qui est légèrement plus faible que celle calculée pour le cas isotherme. Cela s'explique par le fait qu'à température égale, la fraction de liquide en solidification est supérieure à la fraction d'équilibre, ce qui conduit à des films de liquides plus épais au départ et donc une fissuration retardée. Nous avons pu comparer le modèle aux résultats expérimentaux. La figure 3.65 montre l'évolution prévue par le modèle pour une déformation de l'échantillon sur sa longueur utile, soit environ 10 grains.

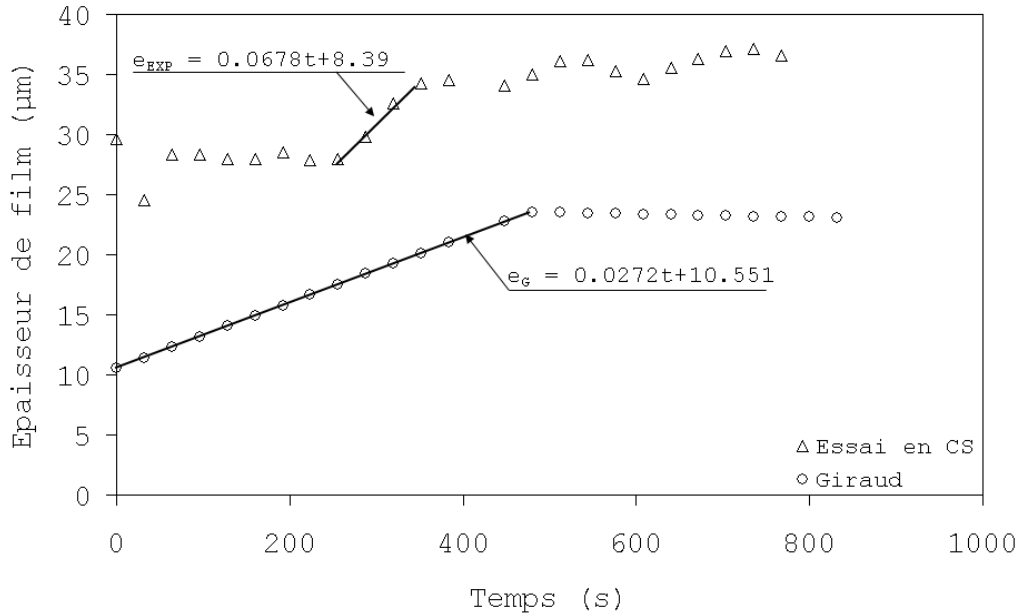


Figure 3.65 – Evolution de l'épaisseur du films de liquide le plus épais en fonction du temps lors de l'essai en CS, $\dot{D} = 0.25 \mu\text{m.s}^{-1}$

L'écart avec l'expérience est considérable. La localisation des déformations ayant été

constatée lors de nos deux essais, nous avons modifié le modèle de Giraud afin de modéliser la déformation d'une structure composée de trois grains. La déformation imposée est donc localisée sur deux films de liquide. Nous avons tracé sur la figure 3.66 l'évolution prévue par le modèle pour une déformation répartie de manière homogène sur 2 films de liquide, comme nous l'avons fait dans le cas isotherme. Les pentes des droites modélisée et expérimentale sont très différentes lorsque la déformation est appliquée sur 3 grains. Nous pouvons également noter que l'épaisseur à saturation expérimentale de $e_{Hexp} = 34.3 \mu\text{m}$ est encore une fois différente de la valeur obtenue par le modèle de Giraud. La prise en compte de la localisation de la déformation par la modification du modèle est donc également indispensable en solidification.

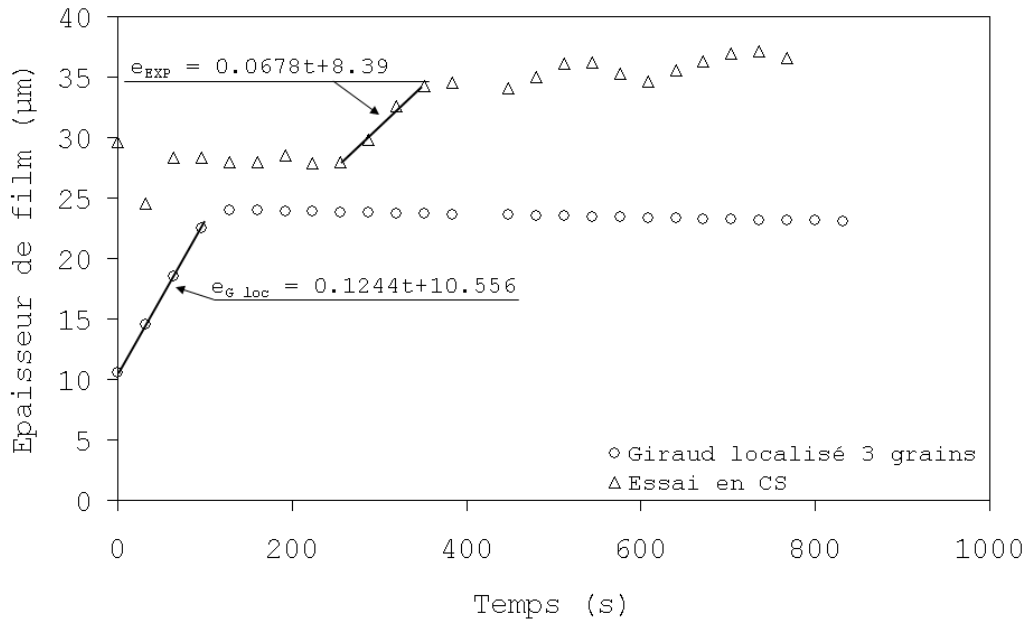


Figure 3.66 – Evolution de l'épaisseur du films de liquide le plus épais en fonction du temps lors de l'essai en CS pour une déformation sur 3 grains, soit 2 films de liquide. $\dot{D} = 0.25 \mu\text{m.s}^{-1}$

La prise en compte de la solidification implique certaines modifications, ainsi :

$$e_h = e_0 + \dot{e}t + \frac{D}{N_1} \quad (3.18)$$

Ce qui, en conduisant le même raisonnement que pour le modèle original, nous amène à écrire l'équation suivante :

$$e_{Vf} = \left(\frac{4\eta l L}{P_M + P_C} \left(\dot{e} + \frac{DN}{N_1} \right) \right)^{1/3} \quad (3.19)$$

La courbe de résultats obtenus pour une déformation localisée sur 3, 4 ou 5 films de liquide est présentée sur la figure 3.67. La courbe représentant les valeurs obtenues

pour $N_1 = 4$ montre une vitesse de croissance légèrement inférieure à celle obtenue expérimentalement, et une valeur d'épaisseur critique en accord avec l'expérience. Cela correspond également à l'enrichissement en liquide constaté sur la figure 3.29.

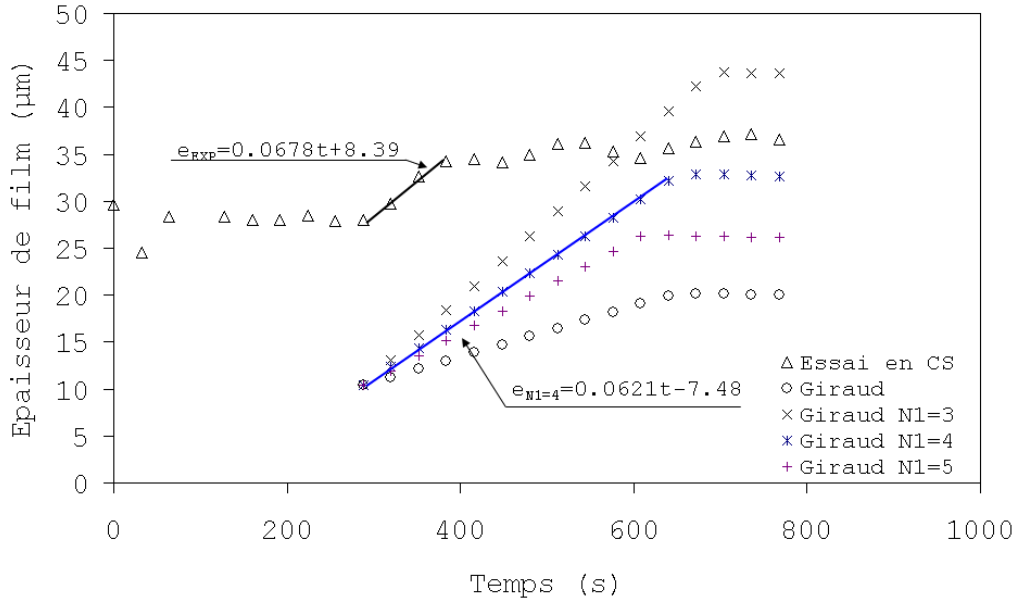


Figure 3.67 – Résultats du modèle de Giraud modifié pour une déformation localisée sur 3, 4 ou 5 films de liquide. Longueur déformée contenant 10 grains

Le modèle de Giraud, modifié pour prendre en compte la localisation de la déformation, donne un accord satisfaisant entre expérience et résultats numériques. Cependant il n'est valide que lorsque les grains sont entourés de liquide, et ne permet donc pas de modéliser une essai à l'état semi solide complet s'il existe des ponts solides entre les grains. Le fait d'être en 2D est aussi une limitation pour modéliser le comportement d'une structure réelle.

Le modèle de Giraud doit donc être utilisé en considérant que la déformation se concentre sur une petite partie de la zone utile, typiquement la zone de fissuration. En outre, il apparait qu'une modification est nécessaire pour approcher au mieux la courbe expérimentale. Cette alternative aux modèles complexes peut donc permettre de définir une épaisseur critique de film de liquide dans le cas d'un essai isotherme, mais ne peut prétendre rendre compte des phénomènes réels lors de la déformation d'un milieu pâteux.

Comparaison de l'expérience avec deux simulations numériques

La localisation de la déformation ainsi que l'hétérogénéité de la microstructure étant, comme nous l'avons montré, des éléments importants dans la simulation de la fissuration à chaud, certains modèles ont été conçus pour les faire intervenir. Nous pouvons mention-

ner ici le modèle développé par Jean-François Zaragoci lors de sa thèse dans le cadre du projet SIMUZAL, consistant à réaliser un maillage adaptatif d'éléments finis sur une microstructure réelle obtenue par microtomographie. Ce modèle développé en 3D fonctionne en conditions isothermes et peut simuler l'endommagement. Toutefois, certaines limitations existent, notamment le temps de calcul qui est considérable, ainsi que le fait que la fissuration doit s'initier à partir de l'extérieur du volume simulé. En effet, la germination d'une porosité isolée à l'intérieur du volume n'est à ce jour pas considérée. Ce modèle permet toutefois d'extraire de nombreuses grandeurs locales comme la contrainte équivalente ou le déplacement, mais aussi les fractions de liquide, de pore ou de solide au cours de la simulation. Les figures 3.68 et 3.69 montrent respectivement la visualisation de l'interface air - solide+liquide expérimental et numérique, ainsi que les résultats obtenus après simulation menée sur le quart d'éprouvette observé sur la figure 3.68(b). La simulation numérique ainsi effectuée est en accord satisfaisant avec l'expérience, cependant le temps de calcul nécessaire pour un quart d'éprouvette est d'une semaine sur 32 processeurs, ce qui est fortement limitant car les volumes expérimentaux auront tendance à être de plus en plus grands et résolus. Ceci étant, elle présente l'avantage d'être parfaitement en accord avec la réalité microstructurale.

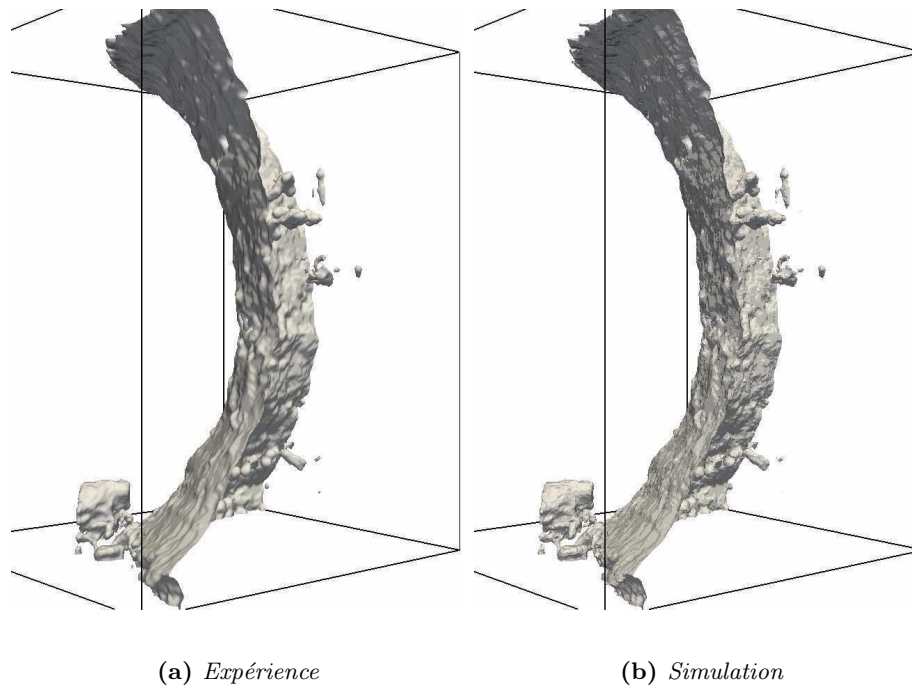


Figure 3.68 – Frontière entre l'air et le mélange solide/liquide 1323 s (22 min 3 s) après le début de l'essai de traction en conditions isothermes [Terzi et al., 2009b]

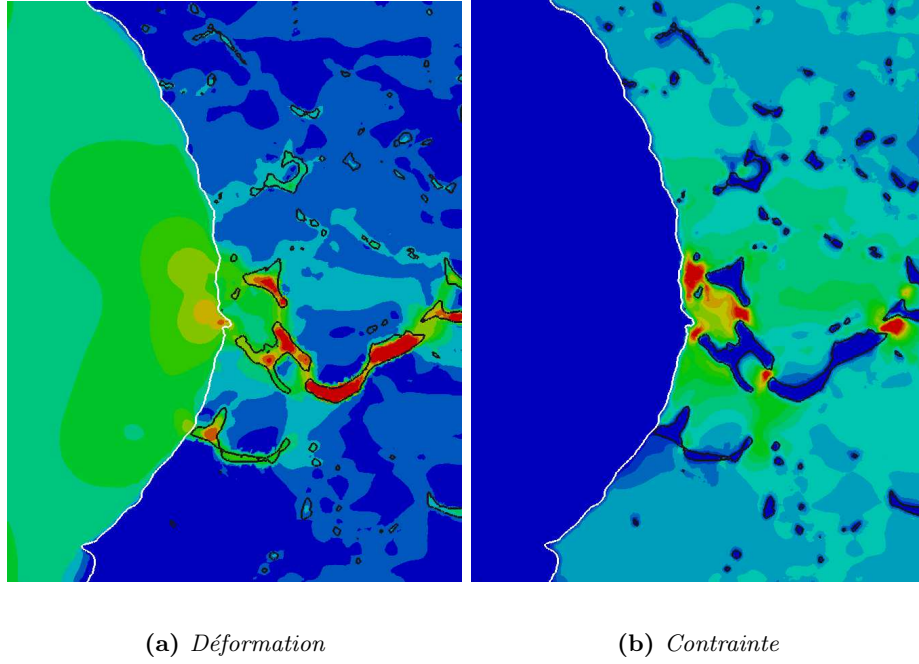


Figure 3.69 – Résultats obtenus avec la simulation sur une coupe 2D de l'éprouvette

Un autre modèle a été développé afin de déterminer le comportement d'un milieu semi solide. Sistaninia [Sistaninia et al., 2011] a pour cela adapté le modèle granulaire GMS-3D développé par Vernède et al. [Vernède et al., 2006] utilisant une microstructure aléatoire générée numériquement, créant ainsi des hétérogénéités de tailles de grains. Cette microstructure n'est donc pas réelle, mais le modèle tend à s'en approcher au mieux. Le module de solidification du modèle prend en compte la germination et la croissance des grains, ainsi que le contact solide qui est susceptible de se créer entre les grains. Le module de flux de liquide prévoit un écoulement de Poiseuille au sein du milieu semi solide. Le module de déformation du solide considère un modèle viscoplastique lorsqu'un contact solide est établi entre les grains. Enfin, le module de fissuration prend en compte la propagation d'une fissure venant de l'extérieur de l'échantillon. Des informations sur les pressions dans les films liquides les plus épais, et notamment la pression de cavitation utilisée comme critère de germination d'un pore, sont par ailleurs calculées au moyen de l'équation 3.20.

$$P_l^c = P_a - \frac{\lambda \cos \theta}{h} \quad (3.20)$$

Avec P_l^c la pression de cavitation, P_a la pression atmosphérique, $\lambda \cos \theta = 5 \text{ J.m}^{-2}$ et h l'épaisseur de films de liquide la plus grande [Sistaninia et al., 2012a].

En utilisant nos données expérimentales, c'est-à-dire $h = 28 \text{ } \mu\text{m}$ à la formation des premiers pores, la pression de cavitation obtenue est de $P_l^c = 83.44 \text{ kPa}$, ce qui est cohérent

avec la littérature ([Dantzig & Rappaz, 2009a]). Ce modèle est valide pour des fractions de solide allant de 0.9 à 1 ce qui est opportun pour étudier la fissuration à chaud. Les calculs réalisés donnent des résultats très satisfaisants pour un temps de calcul réduit. Les grandeurs qui peuvent être obtenues sont la fraction de solide, et de pores, des pressions locales au sein du liquide ainsi que les champs de contraintes. La figure 3.71 met en évidence une limite du modèle. En effet on observe une différence de valeurs de fraction de pore croissante avec le temps, tout particulièrement pour des valeurs de longueur normalisée entre 0 et 0.2. Cela provient probablement du fait que le modèle considère les grains entièrement entourés de liquide (figure 3.70), ce qui n'est pas le cas dans la réalité. La longueur normalisée est la position de la tranche considérée rapportée à la longueur de la zone échançrée. Le 0 est défini au milieu de cette zone, ce qui explique la graduation verticale maximale de 0.5.

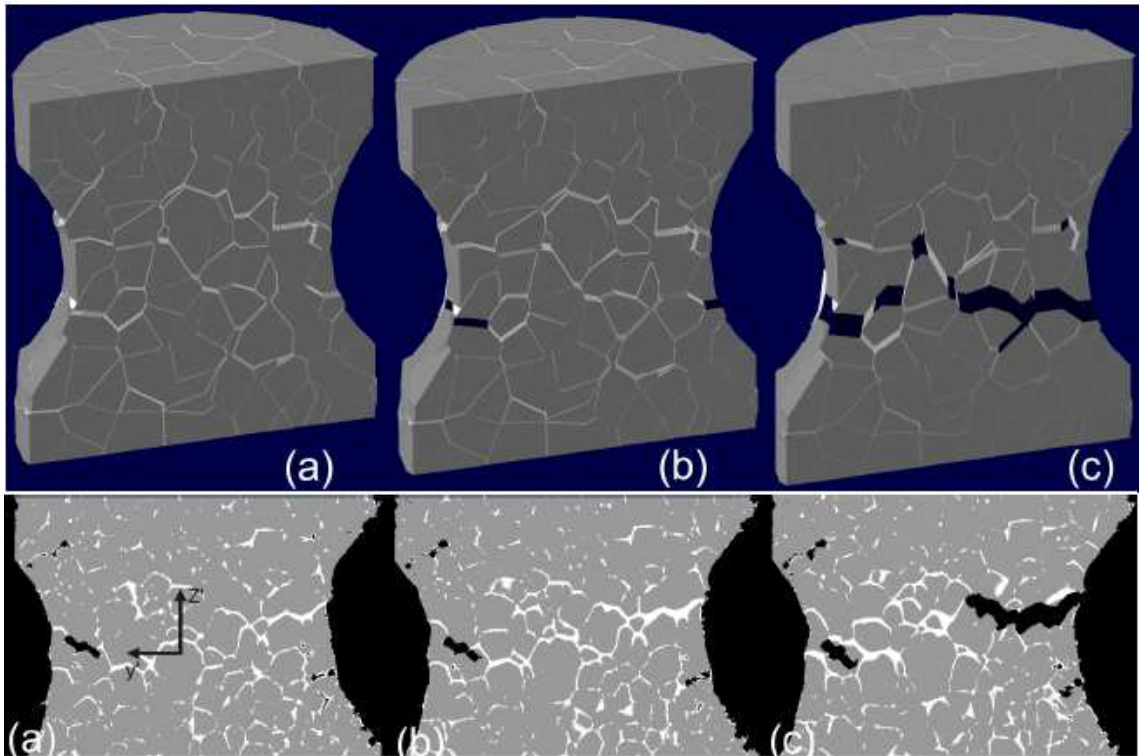


Figure 3.70 – Comparaison de la microstructure définie par le modèle de Sistaninia et de la microstructure réelle image par Terzi [Terzi et al., 2009b] pour des déplacements verticaux imposés de (a) $40,5\mu\text{m}$ (b) $72,9\mu\text{m}$ et (c) $121,5\mu\text{m}$ [Sistaninia, 2012]

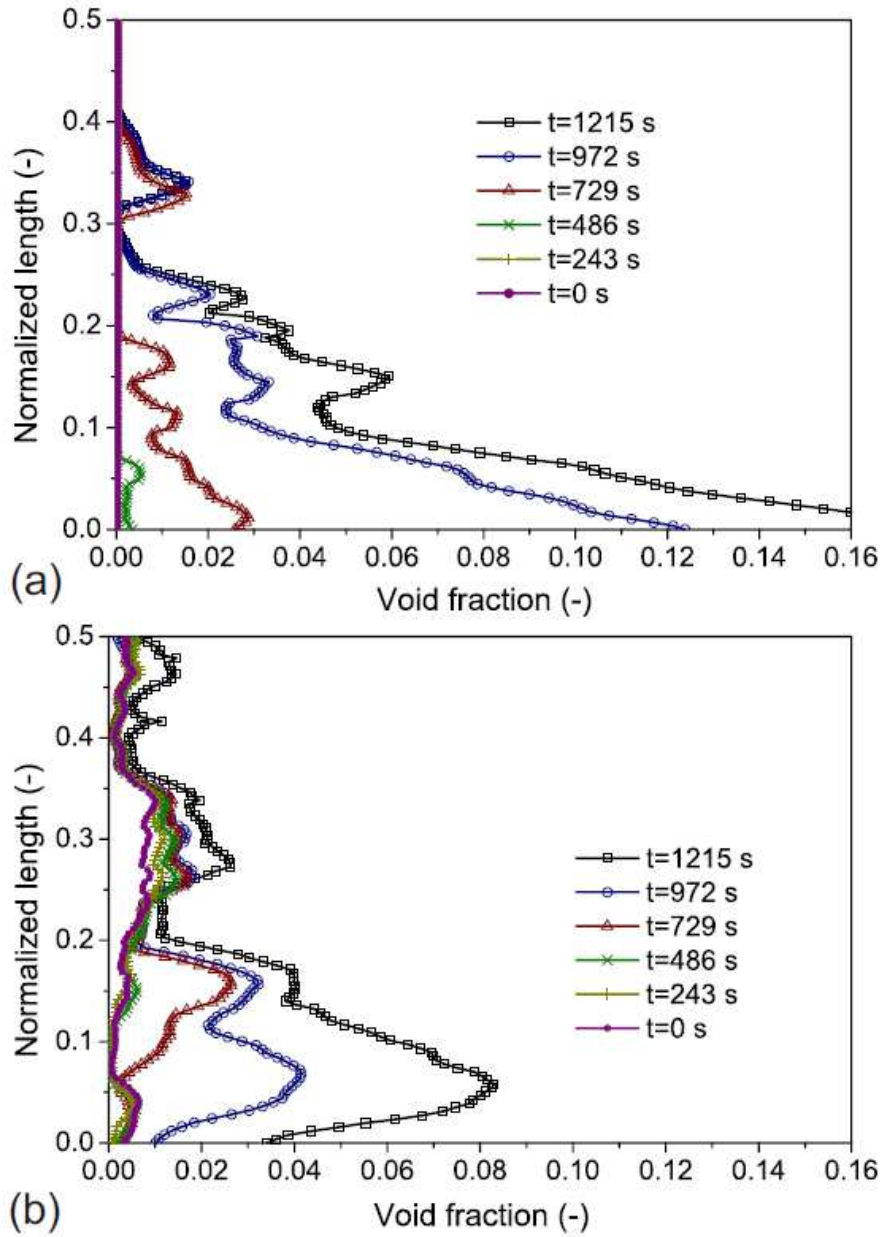


Figure 3.71 – Profil de la fraction de pores le long de l'axe de traction pendant la déformation (a) prédit par le modèle et (b) expérimental

3.6 Conclusion

La fissuration à chaud est un phénomène apparaissant à forte fraction de solide et dont les caractéristiques sont bien différentes que l'on soit en conditions isothermes ou de solidification. Deux essais ont été menés : l'un en conditions isothermes (CI) à une fraction de solide de $f_s = 0.85$ et l'autre en conditions de solidification à une fraction de solide

de départ de $f_s = 0.78$ et à une vitesse de refroidissement de $\dot{T} = -0.25 \text{ K.min}^{-1}$. On observe lors de l'essai en CI un fort enrichissement en liquide dans de nombreuses zones au sein de l'échantillon. Les canaux de liquide sont de grandes tailles donc la déformation est fortement accommodée par un important flux de liquide. Les pores se forment tardivement et en faible nombre suite à un manque d'alimentation en liquide. Leur propagation se fait a priori par croissance puis par coalescence, avec très peu de germination. Encore une fois il convient de rester prudent quant aux mécanismes de rupture du matériau au vu de la résolution temporelle dont nous disposons lors des expériences. Au cours de l'essai en CS l'enrichissement en liquide est plus faible mais bien présent. L'afflux de liquide étant très faible en raison du diamètre réduit des canaux, la rupture de l'échantillon intervient rapidement et le réseau de pores se répartit principalement selon une zone étroite de fissuration. La ruine du matériau est causée par une rupture des films de liquide intergranulaires. La germination des pores commence à la surface de l'échantillon mais se fait par la suite majoritairement à l'intérieur du volume. Par ailleurs, il semble que le mécanisme principal de rupture est une croissance des pores existants suivi de coalescences locales puis globale.

Nous avons également pu constater que les modèles existants, qu'ils soient en 2D ou en 3D peuvent modéliser la déformation d'un alliage à l'état semi solide avec un accord satisfaisant en terme de vitesse de croissance d'épaisseur de films ou encore d'épaisseur à saturation. Les limitations des modèles présentés sont soit le manque de résultats sur les grandeurs locales en 2D ainsi que la pertinence des valeurs calculées (modèle 2D de Giraud), soit le temps de calcul et l'incapacité à traiter des phénomènes de solidification (modèle 3D de Zaragoci), soit le manque d'informations sur la phase liquide et le fait de ne pas travailler sur des microstructures réelles (modèle 3D de Sistaninia). Il reste également du travail pour pouvoir appliquer ces derniers modèles à la solidification avec un accord satisfaisant avec l'expérience. Les modèles 3D sont donc intéressants à employer pour la simulation de la fissuration à chaud mais les deux approches présentées ne peuvent pas dans leur état actuel proposer de solution permettant de reproduire les phénomènes réels dans leur intégralité, notamment la germination de porosités isolées au sein du matériau. La modification du modèle 2D de Giraud nous a permis d'approcher au mieux les résultats expérimentaux en prenant en compte une localisation de la déformation sur quelques films de liquide. La correspondance la plus favorable est obtenue pour un nombre de films de liquide $N_1 = 4$, ce qui est cohérent avec l'enrichissement observé par tomographie.

Bien qu'étant les premiers réalisés avec succès, ces essais présentent de fortes limitations en terme de résolutions spatiale ($5.6 \mu\text{m}$) et temporelle (32 s entre chaque scan). Cela impose de faibles vitesses de déformation et de refroidissement en conditions de solidification, ce qui ne correspond pas tout à fait aux conditions de déformations de l'industrie sidérurgique.

CHAPITRE 4

Tomographie rapide

4.1 Généralités

Les essais présentés dans le chapitre précédent ont pu être réalisés *in situ*, cependant la durée de scan, ainsi que temps entre scans contribuaient à la perte d'information au cours de l'essai. De plus, la faible résolution ne nous permettait pas de voir les films de liquide les plus fins. Des essais réalisés en 2011 nous ont permis d'améliorer la qualité de nos images et de réaliser des essais *in situ* imagés par tomographie rapide. Comme nous l'avons vu dans la section 3.2.1, la tomographie rapide reprend le même principe de fonctionnement que la tomographie standard. Cependant, les vitesses de rotation élevées que l'on doit atteindre nécessite des rotations complètes du dispositif afin d'être en mesure d'accélérer et de maintenir une vitesse angulaire stable lors de la prise d'images. De plus, Nous avons voulu concevoir un dispositif capable de fonctionner en rotation continue afin de permettre de réaliser des prises d'images en tomographie rapide continue. Cela implique de nombreuses contraintes physiques et techniques que nous allons décrire dans ce chapitre. Nous décrirons ensuite une nouvelle géométrie d'échantillons que nous avons définie afin de mieux observer la fissuration à chaud sur toute la longueur utile. Nous présenterons ensuite le protocole expérimental défini pour assurer une reproductibilité des essais à l'état semi solide, ainsi que les derniers résultats obtenus en tomographie rapide. Enfin, nous concluons sur les capacités et les limitations de nos dernières expériences à l'ESRF.

4.2 Présentation du dispositif conçu

La possibilité d'utiliser une caméra ultra rapide PCO DIMAX nous a poussé à concevoir un nouveau dispositif afin de réaliser des essais de traction *in situ* continus ou discontinus. En effet la technologie CMOS qu'utilise la caméra permet des vitesses d'acquisition d'images plus grandes ($\sim 1000 \text{ images.s}^{-1}$ voire $10^5 \text{ images.s}^{-1}$ en mode ROI 1024x1024 px) qu'avec les caméra DALSA ($\sim 60 \text{ images.s}^{-1}$) ou FReLoN ($\sim 10 \text{ images.s}^{-1}$) qui utilisent la technologie CCD. Pour utiliser les caméras au maximum de leurs capacités, il est nécessaire de pouvoir effectuer une prise de projections sans interruption sur toute la durée d'un essai de solidification car c'est dans ce cas que la microstructure change le plus rapidement. Cela nécessite une rotation continue et illimitée du dispositif.

Pour ce dispositif nous avons choisi de réduire le temps de montage de l'échantillon en plus des autres améliorations nécessaires. En effet le temps de faisceau est précieux et nous avons voulu maximiser le nombre d'essais dans le temps imparti. De plus, le motoréducteur de l'INSA Lyon ayant un poids de l'ordre de 2 kg nous avons préféré ne pas envisager son utilisation pour des vitesses de rotation de la platine allant jusqu'à 25 tr.s^{-1} . Le nouveau dispositif devait répondre au mieux au cahier des charges imposé par

cette nouvelle technologie. Nous allons en présenter point par point les caractéristiques. Le lecteur pourra se reporter aux figures 4.1 et 4.2 pour observer les détails du montage.

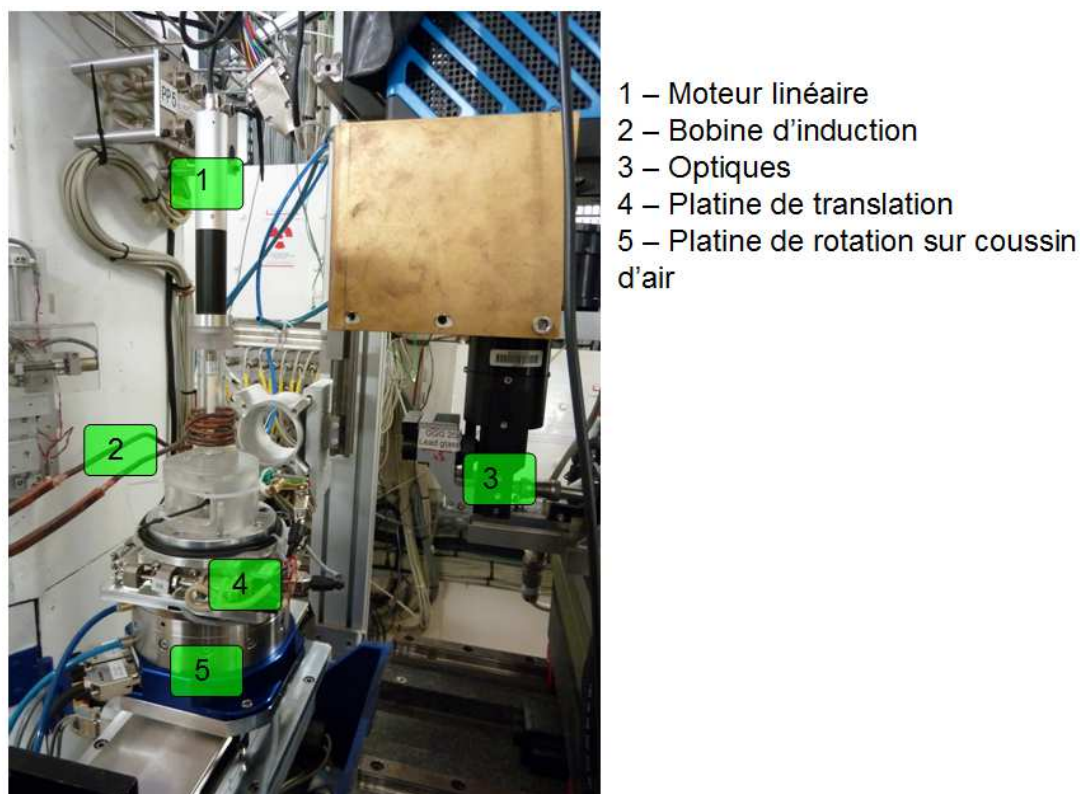


Figure 4.1 – Photographie du montage du nouveau dispositif sur ID19

Structure du dispositif

La structure tubulaire est conservée mais nous avons réduit le diamètre extérieur du tube de polycarbonate (PC) transparent à 25 mm pour permettre un rapprochement de la caméra et de nous affranchir un peu plus du contraste de phase. Ce tube est par ailleurs plus mince que le précédent (épaisseur de 2 mm), ce qui permet de moins absorber les photons X et donc de diminuer le temps d'exposition pour chaque projection. Le chauffage est désormais assuré par une bobine d'induction s'enroulant à l'extérieur du tube central en PC. La mise en place de ce système de chauffage a aussi contribué à la réduction du diamètre du tube central car le couplage électromagnétique avec l'échantillon n'était pas suffisant avec un diamètre plus grand.

La longueur du tube transparent a été imposée par celle des tubes en alumine que nous avons choisie afin de limiter l'échauffement du bloc moteur. Celui-ci est constitué d'un moteur pas à pas lié à un vérin électrique. Le mouvement l'arbre de sortie du motoréducteur est donc une translation pure. Nous désignerons donc ce bloc moteur par "moteur linéaire"

dans la suite de ce manuscrit. Par ailleurs des trous oblongs ont été réalisés dans les parties supérieure et inférieure du tube afin de permettre le montage de l'échantillon et le refroidissement passif à l'intérieur du tube. Les détails relatifs au montage de l'échantillon se trouvent dans la section suivante. Le diamètre de l'embase a été conservé afin de pouvoir manipuler plus facilement la partie basse du montage de l'échantillon. Pour éviter tout couplage avec l'inducteur, toute la structure portante est usinée dans du polycarbonate. Par ailleurs, un refroidissement par air comprimé était assuré sur la capteur d'efforts et sur le moteur pour éviter une éventuelle surchauffe de ces pièces.

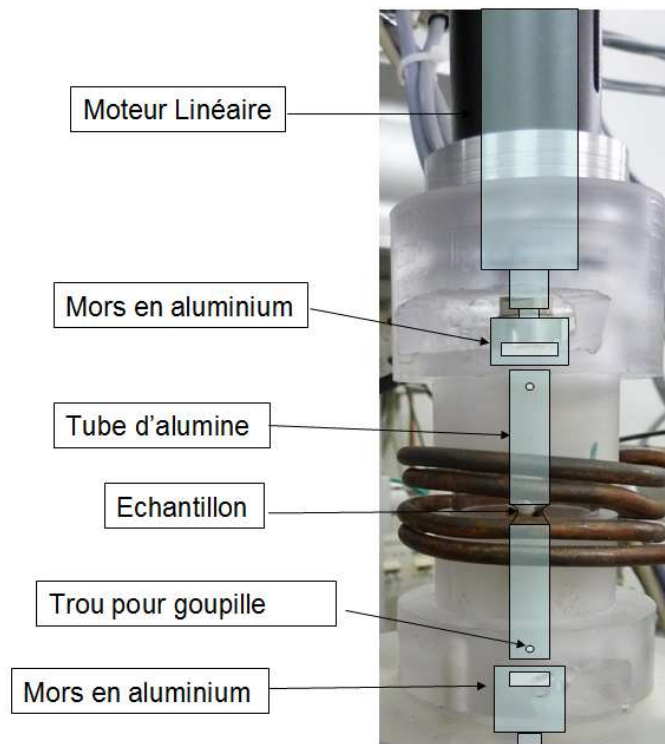


Figure 4.2 – Schéma du montage de l'échantillon

Montage des échantillons

Les échantillons destinés à ces essais (figure 4.3) ont une géométrie adaptée à la caméra utilisée. Le champ de vue couvrant 1200x600 px (soit 1320x660 μm avec des optiques 1.1 μm), il nous est possible de voir l'intégralité de la zone utile presque tout au long d'un essai (une trop grande déformation de la zone utile entraîne la sortie du champ de vue d'une partie de celle-ci).

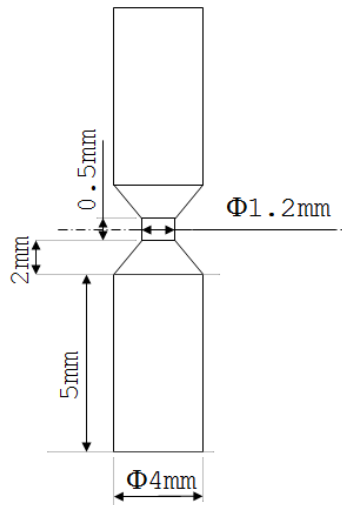


Figure 4.3 – Géométrie des échantillons utilisés pour le dispositif d'essais *in situ* continu

L'échantillon est ajusté et collé dans un tube d'alumine dont la longueur a été augmentée par rapport à ceux utilisés précédemment. L'effet recherché est la réduction de la température en bout de tube grâce à la dissipation de chaleur par la surface. Les mors présentent des fentes destinées à recevoir les goupilles permettant la fixation des tubes en alumine. Ces fentes permettent d'éviter un éventuel cisaillement en torsion de l'échantillon qui serait dû à un mauvais alignement angulaire entre le moteur et le mors inférieur. Le mors supérieur est vissé sur le moteur linéaire pouvant développer un effort de 120 N, lui même monté sur une bague serrée sur le tube en polycarbonate transparent. Le mors inférieur est monté sur une tige filetée vissée sur la plaque d'adaptation. Le contrôle de la température se fait au moyen d'un thermocouple soudé sur le cône inférieur de l'échantillon (voir figure 4.4).

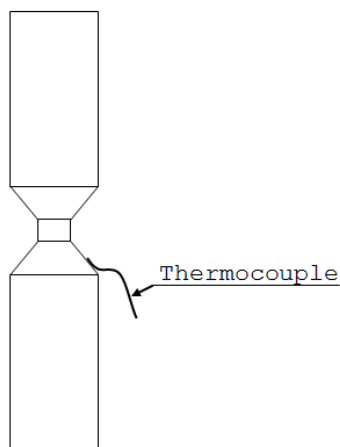


Figure 4.4 – Montage du thermocouple par soudage par point

Les avantages de ce système sont les suivants :

- La facilité du montage de l'échantillon, qui prend dans le meilleur des cas environ 5 min,
- La flexibilité d'utilisation du dispositif : le tube central de diamètre 25 mm a été réalisé en polycarbonate pour les expériences sur la ligne ID19 puisque le quartz est trop absorbant. Cependant le polycarbonate subit des dégâts lorsque le faisceau X passe au travers et il est nécessaire de changer le tube après un certains temps d'utilisation. Ce tube central est facilement remplaçable en raison de son montage simple.
- Le poids de 350 g du moteur linéaire permet de réduire le diamètre du tube transparent, puisque les efforts entraînés par un éventuel balourd seraient bien plus faibles,
- La préservation des éléments sensibles à la chaleur : le bâti en polycarbonate permet d'éviter tout couplage avec l'inducteur et donc les échauffements excessifs du moteur et de la platine de translation,
- Les possibilités d'évolution : la mise en place d'un tube de quartz d'1 mm d'épaisseur est envisagée pour permettre le contrôle de température au moyen d'un pyromètre. Le polycarbonate n'offre pas cette possibilité car le pyromètre ne peut pas mesurer la température de l'échantillon au travers de ce matériau. D'autre part il est possible d'ajouter un capteur d'effort entre la plaque d'adaptation et le mors inférieur,
- Les connectiques sont désormais réalisées à l'aide de contacteurs tournants, ce qui permet de s'affranchir de la limite en rotation induite par des connectiques fixes.

Ces améliorations nous ont permis d'établir un protocole expérimental adapté à la tomographie rapide continue en plus de celui que nous avons pour la tomographie discontinue. Ces deux protocoles sont décrits dans la section suivante.

4.3 Matériaux utilisés

Nous avons opté pour des alliages de différentes teneurs en cuivre et solidifiés sous pression. Ces alliages sont élaborés au moyen de la dilution d'un alliage Al-33wt.%Cu par de l'aluminium pur. Les lopins sont ensuite placés dans un creuset à 800 °C puis le mélange liquide est homogénéisé par convection forcée. L'alliage liquide est ensuite versé dans un moule préchauffé à 400 °C monté sur une presse hydraulique et est comprimé durant sa solidification. Ce procédé minimise le risque de formation de microretassures.

Le lingot obtenu est ensuite découpé puis usiné pour obtenir des échantillons dont la géométrie est définie sur la figure 4.3. La zone utile haute de 500 μm ainsi définie reste toujours dans le champ de vision de la caméra. La fissuration sera donc visible au sein d'une zone déformée uniformément.

4.4 Protocole expérimental

L'échantillon est d'abord collé sur les tubes en alumine au moyen de colle céramique à séchage rapide à chaud (5 min à 93 °C). L'ensemble est bloqué en translation au moyen d'une goupille insérée le mors supérieur, lui même vissé au moteur, le mors étant ajusté au diamètre du tube pour le guider, et ainsi éviter tout cisaillement de l'échantillon.

Le moteur est mis en place en introduisant l'ensemble dans le tube de polycarbonate puis en vissant le moteur sur son écrou bride (voir annexe 2). Le mors supérieur est ensuite descendu afin de faire correspondre la fente du mors inférieur avec le trou du tube d'alumine et d'y insérer la goupille. Une fois les goupilles en place, le jeu est rattrapé en remontant lentement le mors supérieur. Le contrôle du contact aux deux mors est fait manuellement puisque nous n'avons pas de relevé de force pour ce montage. L'échantillon est donc légèrement en traction à ce moment. La goupille du mors inférieur est maintenue plaquée sur la partie supérieure de la fente par un écrou que l'on amène au contact manuellement. Cela permet de ne plus subir le poids propre du tube d'alumine et de la goupille, et ainsi éviter que l'échantillon rompe dès le passage à l'état semi solide.

Le chauffage est ensuite appliqué à l'échantillon. Il s'agit des mêmes PID de régulation et thermocouple que pour le premier dispositif. La différence réside en ce que la bobine d'induction se trouve à l'extérieur du tube, permettant une rotation infinie. La température lue sert uniquement au fonctionnement du régulateur. En effet celle-ci est très différente de la température réelle au sein de la zone utile. Un premier échantillon étalon a donc été sacrifié pour établir la procédure de chauffage. Pour cela nous avons chauffé à une vitesse de $30\text{ }^{\circ}\text{C.min}^{-1}$ en prenant régulièrement une projection de l'échantillon. Le passage à l'état semi solide traduisant le dépassement de la température eutectique est bien visible sur ce type d'image.

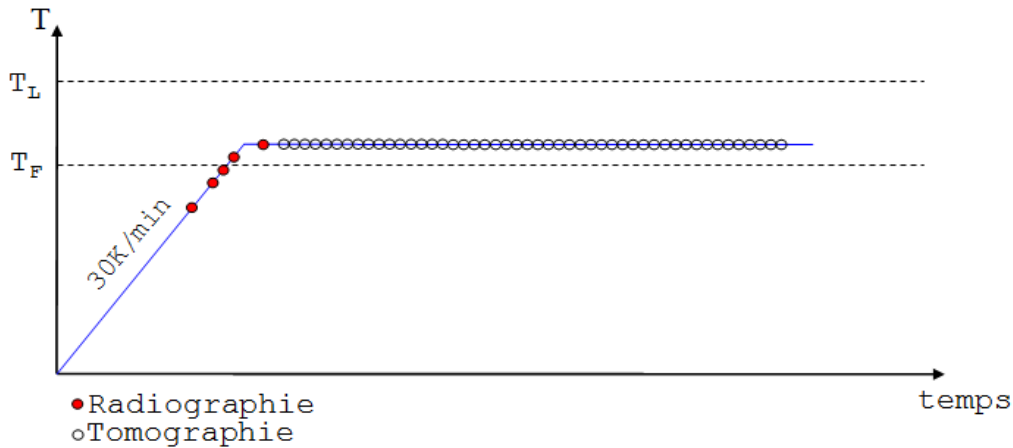


Figure 4.5 – Procédure suivie lors d'un essai de tomographie rapide

Lors des essais, nous avons chauffé à $30\text{ }^{\circ}\text{C.min}^{-1}$ puis une rampe de $10\text{ }^{\circ}\text{C.min}^{-1}$ a été imposée aux alentours de la température eutectique réelle. Le contact est réalisé encore une fois pendant que l'échantillon est toujours solide. La montée en température se fait manuellement degré par degré une fois que l'échantillon est semi solide, afin d'obtenir une fraction de liquide jugée satisfaisante pour les essais. Pendant cette étape, la structure de l'échantillon est vérifiée au moyen de prises de projections sans rotation. La procédure est illustrée sur la figure 4.5.

Après un maintien d'1 min à la température voulue, l'essai est lancé simultanément avec la macro de tomographie rapide. Deux types d'essais ont été réalisés avec ce dispositif : des essais de traction *in situ* soit discontinus pour des conditions isothermes, soit continus pour des conditions de solidification. La caméra PCO DIMAX a été utilisée avec une ROI de 1200x600 px, les optiques ont été choisies à $1.1\text{ }\mu\text{m}$. Disposant d'une mémoire interne de 35 Go, elle peut faire des acquisitions continues pour 41 scans dans la configuration choisie pour les essais de traction en solidification d'Octobre 2011. Le nombre de projections a été défini à 600.

Le temps de scan est de 2 s, et un scan est pris toutes les 12 s lors la procédure d'essai *in situ* discontinu. Le temps d'attente entre les scans est ici imposé afin de permettre de transfert de données vers un espace de stockage externe, et un temps de pose arbitraire supplémentaire de 2 s est ajouté afin d'éviter des erreurs de positionnement des moteurs de rotation. Pour les deux types d'essais, la vitesse de traverse était imposée à $3\text{ }\mu\text{m.s}^{-1}$, soit une vitesse de déformation d'environ $\dot{\epsilon} \sim 2.10^{-3}\text{ s}^{-1}$. Dans les conditions de solidification, la vitesse de refroidissement n'est pas contrôlée. Dans ce cas, nous avons réalisé des scans sans pause, et ainsi acquis 41 volumes en moins de 3 min (160 s), le transfert de ces données est effectué après saturation de la mémoire interne.

Sessions	03/2011	10/2011	10/2011
Conditions	Isotherme	Isotherme	solidification
Binning	non	non	non
Type d'essai	TR	TR	TR
Caméra	PCO Dimax	PCO Dimax	PCO Dimax
Champ de vue (px)	1200x600	1200x600	1200x600
Optiques (μm)	1.1	1.1	1.1
Temps de scan (s)	2	2	2
Temps entre scans (s)	10	10	2
Vitesse de déplacement ($\mu\text{m.s}^{-1}$)	1	3	3
Longueur utile (μm)	500	500	500
Vitesse de refroidissement (solidification) (K.min^{-1})	-	-	1

Figure 4.6 – Récapitulatif des caractéristiques des essais. TR=Tomographie Rapide

Des sessions régulières à l'ESRF nous ont permis de réaliser plusieurs types d'essais au cours de cette thèse. La figure 4.6 montre le récapitulatif des différents essais menés.

La caméra PCO Dimax a un champ de vue de 2016x2016 px. La ROI choisie est de 1200x600 px, ce qui suffit pour observer toute la zone utile de l'échantillon. Cette caméra a une vitesse d'acquisition maximale de $10^5 \text{ images.s}^{-1}$ si l'on prend une ROI suffisamment petite, ou bien $1000 \text{ images.s}^{-1}$ en utilisant tout le champ de vue, ce qui permet de réaliser de la tomographie ultra rapide. Dans le cas de nos essais, la vitesse d'acquisition maximale était de $300 \text{ images.s}^{-1}$. Ces essais ont permis de perfectionner le dispositif de tomographie rapide conçu, et sont désormais reproductibles. Le matériau utilisé pour élaborer les échantillons utilisés lors de ces derniers essais n'était cependant pas adapté pour que les données tomographiques soient pertinentes dans une étude de fissuration à chaud car la taille de grain avoisinait le millimètre.

4.5 Derniers résultats

Les progrès technologiques nous ont permis d'utiliser une nouvelle caméra (PCO Dimax) et de réaliser des acquisitions de scans en 2 s, avec un scan toutes les 10 s, lors de la dernière session à l'ESRF en octobre 2011. Nous avons également pu obtenir une résolution spatiale de $2.2 \mu\text{m}$, soit un gain d'un facteur 2 par rapport aux essais étudiés dans ce manuscrit. Cela nous permet de voir des films de liquide très fins. Par ailleurs le champ de vue de $1320 \times 660 \mu\text{m}$ nous a permis de visualiser la zone utile dans son ensemble et permettre d'obtenir des informations à l'échelle locale comme nous l'avons vu, mais aussi à l'échelle macroscopique. La figure 4.7 présente le suivi d'une coupe verticale d'un échantillon d'alliage Al-6pds.%Cu en conditions isothermes. Nous pouvons voir la plus grande partie de la zone utile sur les coupes, et de plus les interfaces sont plus nets que sur les images analysées lors de ces travaux de thèse, comme le montre la figure 4.8. Le contraste entre phase liquide et phase solide est suffisant pour pouvoir seuiliser les images proprement, et ceci malgré le fait que le liquide soit moins riche en cuivre que lors des expériences présentées dans le chapitre 3. Nos essais en tomographie rapide sont reproductibles, cependant comme nous le voyons sur la figure 4.7, la taille de grain est très importante, ce qui ne permet pas d'avoir un essai représentatif de la fissuration à chaud dans un matériau massif. Nous observons sur cette figure que 3 à 4 grains sont présents sur le diamètre de l'échantillon. Du liquide intragranulaire est également visible, provenant probablement de la fusion de dendrites fines obtenues lors de la solidification sous pression du matériau. La déformation est localisée sur l'unique film de liquide horizontal visible, qui s'épaissit au cours temps. La fissuration intervient naturellement dans cet amas de liquide.

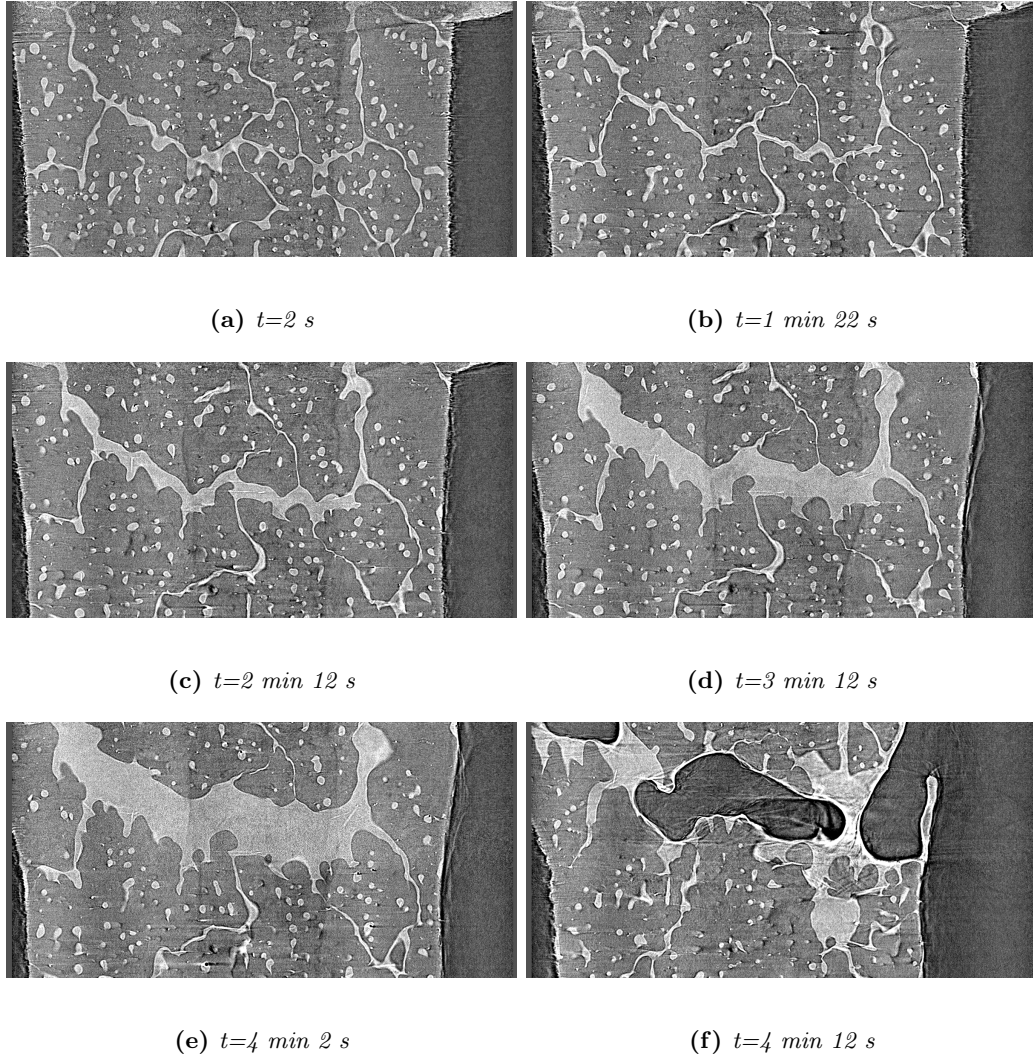
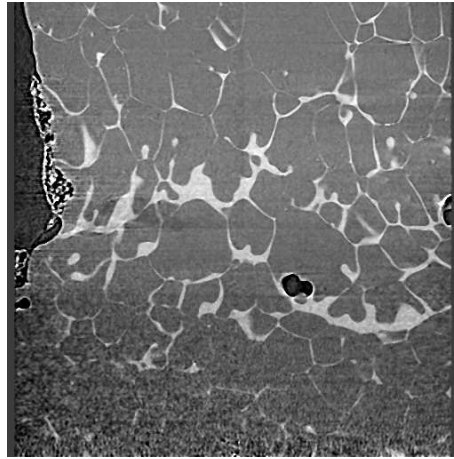
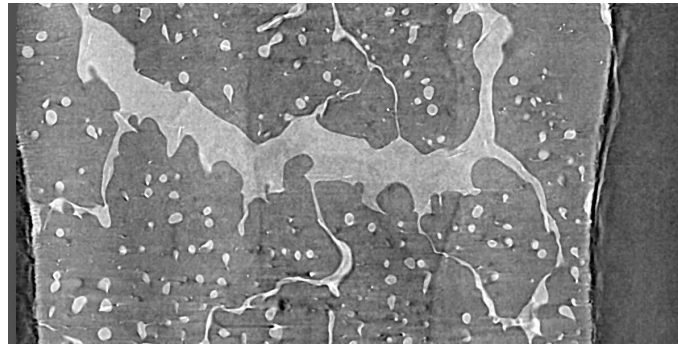


Figure 4.7 – Suivi d'une coupe 2D au cours d'un essai en tomographie rapide d'Octobre 2011 en conditions isothermes. Alliage Al-6pds.%Cu, champ de vue $1320 \times 660\text{ }\mu\text{m}$, optiques $1.1\text{ }\mu\text{m}$, temps de scan = 2 s , temps entre deux scans = 10 s , vitesse de déformation de 6.10^{-4} s^{-1}



(a) *Alliage Al-8pds.%Cu (2009)*



(b) *Alliage Al-6pds.%Cu (2011)*

Figure 4.8 – *Comparaison des images obtenues en 2009 et en 2011*

Un essai de traction *in situ* en cours de solidification a également été réalisé lors de la session d'Octobre 2011. Le temps de scan était de 2 s et le temps entre scans était fixé à 2 s également. La vitesse de déformation était de $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Pour cet essai, la température d'essai a été fixée entre 10 et 15 °C au dessus de la transition semi solide observée et la vitesse de refroidissement est de $\dot{T} = 1 \text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$. La figure 4.9 montre l'évolution de la microstructure du matériau au cours de cet essai sur une coupe 2D contenant l'axe de rotation de l'échantillon. La fraction de liquide apparente suggère une température initiale supérieure à celle attendue. Une grande porosité semble se former à l'intérieur du matériau lors de la solidification, puis s'ouvre vers l'extérieur. L'observation de dendrites (figure 4.9(f)) met en évidence le fait que nous tendons à nous rapprocher des conditions de solidification usuelles.

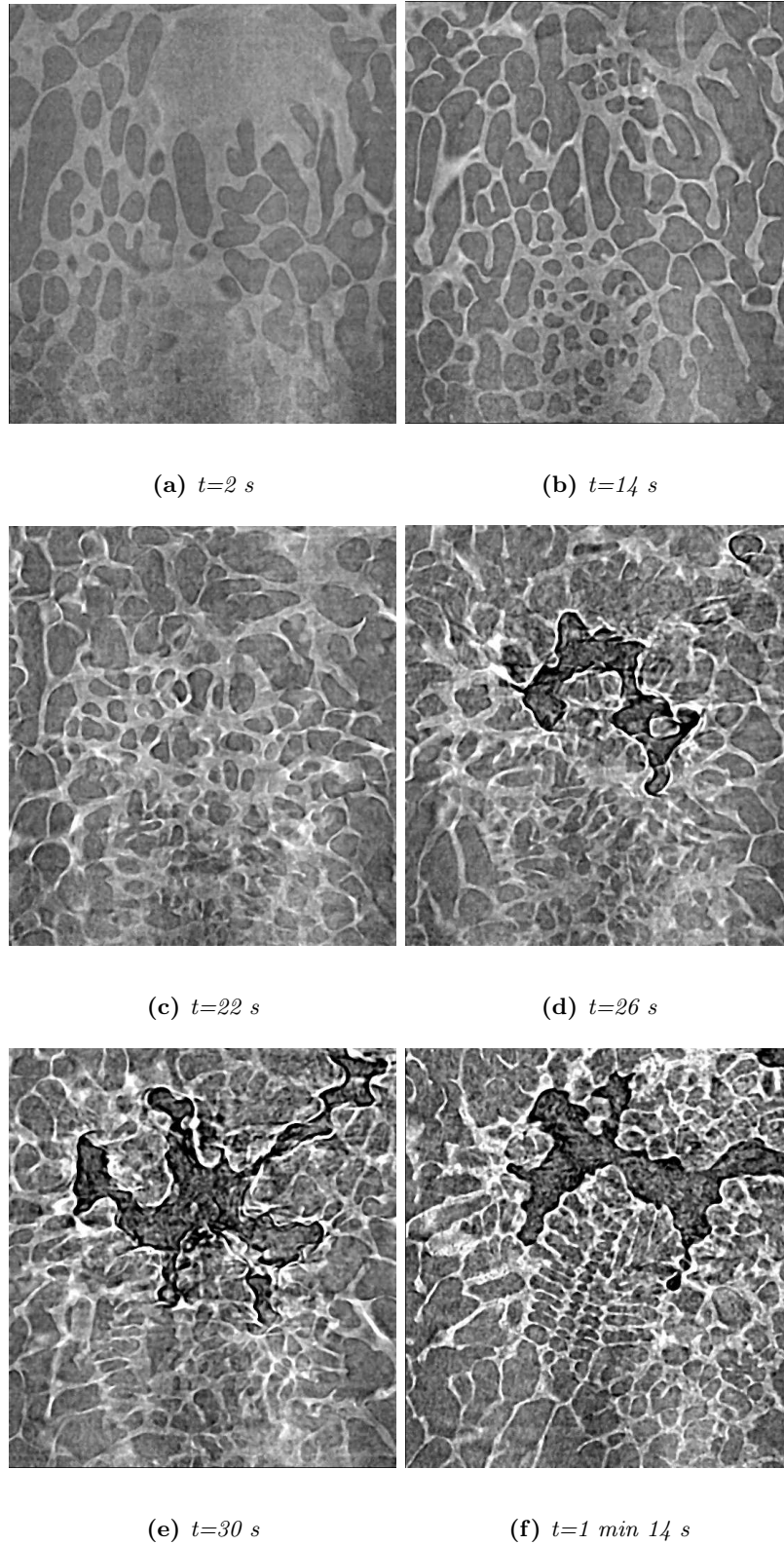


Figure 4.9 – Suivi d'une coupe 2D au cours d'un essai en tomographie rapide d'Octobre 2011. Conditions de solidification : $\dot{T} = 1\text{ K.min}^{-1}$. Alliage Al-6pds.%Cu, champ de vue $1320 \times 660\text{ }\mu\text{m}$, optiques $1.1\text{ }\mu\text{m}$, temps de scan = 2 s , temps entre deux scans = 2 s , vitesse de déformation de 3.10^{-4} s^{-1}

4.6 Conclusion

Ces derniers essais en tomographie rapide ont permis de valider notre dispositif expérimental ainsi que le système de chauffage choisi. La géométrie des échantillon nous permet d'observer la quasi totalité de la zone utile, et la localisation de la déformation ne se produit pas en raison de la géométrie choisie. L'essai en conditions isotherme montre que les flux des liquides permettent d'accommoder une forte déformation. Ces flux de liquide peuvent provenir de films de liquide verticaux très fins, désormais visibles tout au long de la déformation. L'essai en conditions de solidification montre une fissuration au sein d'une structure semi solide présentant des dendrites provenant de la solidification du matériau. Ce point est à souligner car nous montrons que nous pouvons obtenir une structure dendritique en solidification, à partir d'une structure de refusion. Au vu des différences notables de comportement entre les structures de solidification et de refusion, cette observation nous permet d'affirmer que les résultats que l'on pourra extraire des données seront représentatifs d'une microstructure issue de solidification pure. Ces essais sont donc prometteurs à court terme, et l'utilisation de la tomographie rapide continue est prévue afin d'imager la déformation de la microstructure en continu. Cela est actuellement possible mais le nombre de scans est limité par la mémoire de la caméra, car l'acquisition de données est trop rapide pour les transférer en temps voulu.

CHAPITRE 5

Conclusion

Les objectifs de cette thèse étaient d'apporter des informations microstructurales locales en 3D grâce à la microtomographie *in situ* pour mieux comprendre la fissuration à chaud, et les confronter à des modélisations analytiques et des simulations numériques. Ces informations servent à donner de la matière pour améliorer les simulations numériques de ce phénomène.

Nous avons dans un premier temps mené une étude de la phase solide et déterminé une loi de comportement de la phase solide valide sur la ligne de solidus pour différents alliages Al-Cu présentant une composition homogène, puis nous avons pris en considération la présence d'un gradient de composition lors de la solidification de ces alliages. Nous avons ensuite étudié la question de savoir quelle est la réponse à une sollicitation mécanique imposée d'une structure présentant un gradient de composition.

D'autre part, nous avons réalisé des observations tomographiques *in situ* de la déformation d'échantillons d'un alliage Al-8pds.%Cu à l'état semi solide (atteint en refusion), en conditions isotherme et de solidification. Pour les deux types d'essais, la température de début d'essai est identique. Les analyses des volumes ainsi obtenus nous ont apporté des données qualitatives et quantitatives à l'échelle macroscopique, mais aussi très localement, au sein d'un matériau massif.

Nous avons par ailleurs mis au point et réalisé un dispositif expérimental et un système de chauffage des échantillons spécifiques afin de permettre des observations en tomographie *in situ* rapide et ultra rapide. Des modèles granulaires 2D de fissuration ont été comparés à nos expériences en solidification et en conditions isothermes afin de valider la pertinence des résultats obtenus numériquement.

Nous avons également amélioré un modèle granulaire 2D afin de prendre en considération le fait que la déformation se localise dans quelques films de liquide au cours d'un essai de traction à l'état pâteux. Ce modèle modifié a été confrontée à nos expériences. De plus, des simulations numériques en 3D ont été réalisées au le CEMEF à partir des volumes de tomographie que nous avons fourni. Ces mêmes données expérimentales ont par ailleurs permis la validation du modèle 3D. De plus, un logiciel de corrélation 3D nous a permis de déterminer les champs de déformations locaux dans nos échantillons.

Enfin, nous avons pu réaliser des essais en tomographie rapide continue en conditions de solidification, ce qui a validé le dispositif conçu et réalisé au sein de notre laboratoire.

Principaux résultats

Les essais mécaniques réalisés lors de cette thèse ont permis de définir le comportement d'un solide homogène à chaud pour de l'aluminium pur et des alliages à teneurs en cuivre allant jusqu'à 5.65 pds.%Cu, limite de solubilité du cuivre dans l'aluminium, à une température proche de celle du solidus (équation 5.1). Cette loi a été utilisée par

Jean-François Zaragoci pour effectuer des simulations de la déformation à l'état pâteux de l'échantillon imagé par Terzi [Terzi et al., 2009b] en conditions isothermes.

$$\dot{\epsilon} = A_2 \left(\frac{Gb}{RT} \right) \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n \quad (5.1)$$

G est le module de cisaillement que l'on prendra variable avec la température, R est la constante des gaz parfaits, σ est la contrainte en régime permanent, b est le vecteur de Burgers et T est la température, $n = 5$ le coefficient de sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte, et Q une énergie d'activation. A_2 est dépend de la composition du solide et se définit comme suit :

$$A_2 = 10^{25} (483.4 - 473.2 \tanh(0.8875(pds.\%Cu))) \quad (5.2)$$

Avec $A_2 = 4.83.10^{27} \text{ m}^2.s^{-1}$

La loi de comportement déterminée a ensuite été extrapolée à la ligne de solidus pour un alliage de composition homogène, puis adapté pour convenir à une application au cas de la solidification, et donc en tenant compte du gradient de composition dans les grains solides. L'équation 5.3 décrit l'évolution du coefficient A_2 sur la ligne de solidus. Il suffit ensuite de remplacer A_2 par A_3 dans l'équation 5.1. Cette loi de comportement a ensuite été utilisée dans un modèle 1D. Ce dernier modélise un élément linéique de solide pouvant être une dendrite colonnaire se solidifiant selon une direction suivant la loi de Scheil. Cet élément linéique présente donc un gradient de composition.

$$A_3 = 10^{25} (483.4 - 473.2 \tanh(0.8875 k_0 C_0 (\frac{T - T_f}{T_{liq} - T_f}))) \quad (5.3)$$

Où T est la température à l'instant considéré, T_f est la température de fusion du métal pur (ici l'aluminium), et T_{liq} est la température de liquidus de l'alliage de départ de composition C_0 .

Lorsque l'on impose une contrainte à la structure modélisée, la déformation est hétérogène. Nous avons calculé une vitesse de déformation moyenne de la structure au moyen de la loi de comportement établie précédemment. La vitesse de déformation calculée pour notre modèle $\dot{\epsilon}_M$ à gradient de composition est 10 fois supérieure à celle calculée pour une composition homogène $\dot{\epsilon}_h$. Cette vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_M$ correspond pour une même contrainte imposée à la réponse d'un solide de composition homogène équivalente C_{eq} (équation 5.4) dépendant de la composition du liquide initial.

$$C_{seq} = -0.0123C_0^2 + 0.3318C_0 \quad (5.4)$$

Où C_0 est la composition du liquide initial.

Nous avons ainsi mis en évidence l'influence de la composition sur le comportement

mécanique du matériau, mais aussi la nécessité de tenir compte des hétérogénéités de composition lorsque le matériau est en cours de solidification. La détermination d'une composition équivalente permet en outre de simplifier les calculs pour de futures simulations numériques de déformation d'un alliage à l'état pâteux en cours de solidification.

D'autre part, les expériences menées à l'ESRF nous ont permis de quantifier et observer de nombreux mécanismes intervenant lors de la déformation et la fissuration à chaud d'un alliage refondu à l'état semi solide. Nous avons constaté dans un premier temps que nos échantillons, tant en conditions isothermes qu'en conditions de solidification, subissent une déformation homogène avant qu'une localisation de la déformation dans certains films de liquide soit visible. Pour expliquer cela, nous avons émis l'hypothèse qu'un matériau porté à l'état semi solide en refusion soumis à un effort de traction subit premièrement une déformation homogène causant la rupture de ponts solides. Cela entraîne par la suite au liquide d'envelopper certains grains, conduisant à la localisation de la déformation. La corrélation 3D d'images nous a permis de définir la vitesse de déplacement verticale réelle au sein de notre échantillon, et de confirmer la déformation de l'échantillon avant la localisation de celle-ci.

Nous avons également pu noter des différences dans les modes de fissuration entre des conditions d'essais en conditions isothermes et anisothermes. L'endommagement du matériau en conditions isothermes se fait progressivement et la rupture n'intervient que longtemps après l'apparition des premiers pores. Lors de cet essai on observe un fort enrichissement en liquide dans de nombreuses zones au sein de l'échantillon. Les canaux de liquide sont de grandes tailles et la déformation est fortement accommodée par un important flux de liquide. La germination de pores semble s'initier principalement de l'extérieur de l'échantillon mais peut intervenir lors de la propagation de la fissure. Encore une fois il convient de rester prudent quant aux mécanismes de rupture du matériau au vu de la résolution temporelle dont nous disposions lors des expériences. En effet, une croissance de pore peut en fait être une germination suivie d'une coalescence se faisant entre deux scans. Au cours de l'essai en cours de solidification l'enrichissement en liquide est plus faible et dessine rapidement une ligne privilégiée sur les coupes contenant l'axe de rotation. La rupture de l'échantillon intervient donc rapidement et le réseau de pores est réparti principalement selon un plan de fissuration. La fissuration du matériau est causée par une rupture des films de liquide intergranulaires. Par ailleurs, il semble que le mécanisme principal de rupture est une croissance des pores existants suivi de coalescences locales puis globale.

Le modèle analytique de Giraud en 2D a été modifié pour tenir compte de la localisation de la déformation observée expérimentalement au cours de l'essai *in situ*. Les résultats en termes de vitesse de croissance des films de liquide correspondent mieux à l'expérience, et le critère de formation de porosités donne des résultats en accord satisfaisant avec nos

observations. La déformation homogène précédant l'épaississement des films de liquide n'est pas prise en compte par ce modèle qui n'est valide que lorsque les grains sont entourés de liquide.

Nous avons parallèlement développé un dispositif de traction à l'état semi solide *in situ* pour la tomographie ultra rapide, qui permet d'améliorer considérablement la qualité des acquisitions expérimentales. Nous pouvons ainsi atteindre un temps de scan de l'ordre de la seconde avec une résolution spatiale de $2.2 \mu\text{m}$, qui permet d'imposer une vitesse de refroidissement de l'ordre de $1 \text{ }^\circ\text{C.min}^{-1}$ et une vitesse de déformation de l'ordre de 10^{-3} s^{-1} . En effet, un nouveau bâti ainsi qu'un tube central en polycarbonate permettent un montage rapide et simple des échantillons. De plus, le faible diamètre du tube central permet d'approcher la caméra de l'échantillon et donc de réduire le contraste de phase. La conception de ce dispositif spécialement dédié aux essais à l'état semi-solide nous a permis de réduire l'encombrement de l'ensemble et permet aujourd'hui la réalisation d'essais reproductibles de traction *in situ* à l'état semi solide en conditions isothermes ou en cours de solidification rapide.

Perspectives

Les perspectives de nos travaux s'articulent autour de trois thèmes. Tout d'abord le comportement de la phase solide pourrait être mieux défini au vu des limites du modèle que nous avons élaboré. Par ailleurs, le dispositif que nous avons conçu pourrait être utilisé pour de nombreuses expériences différentes. Parallèlement, les moyens techniques mis à disposition à l'ESRF permettront d'acquérir des volumes de tomographie en grand nombre et très rapidement. Enfin, Les modèles numériques existant pourraient être modifiés pour mieux correspondre à la réalité, prendre en compte des phénomènes de solidification, simuler à l'échelle des procédés... Nous allons détailler ces différents points dans cette section.

Comportement de la phase solide

Le modèle que nous avons défini pour traduire en 1D le comportement de la phase solide sur la ligne de solidus pour des alliages Al-Cu de concentration en soluté ≤ 5.65 pds.% reste limité du fait qu'il est en 1D. Le passage à une géométrie 3D du type dendrite équiaxe ou colonnaire afin de le prendre en considération dans des simulations aux éléments finis serait une amélioration notable notre travail. En effet, la comparaison du modèle avec une simulation aux éléments finis de la déformation d'une dendrite (colonnaire pour de la 1D) générée numériquement ou réelle (obtenue par tomographie standard) pourrait permettre de valider le modèle à l'échelle locale. Le calcul d'une composition homogène équivalente à une structure de solidification gagnerait à être également réalisé sur un

élément géométrique en 3D représentatif d'un élément microstructural réel. Ce calcul de composition équivalente est d'un grand intérêt pour simplifier les calculs de simulation numériques.

Expérience

Les essais analysés lors de ces travaux de thèse présentent de fortes limitations en termes de résolutions spatiale et temporelle (images de l'année 2009). Il est aujourd'hui possible de déformer plus vite l'échantillon, de solidifier plus rapidement, et de mieux observer des phénomènes rapides tels que la germination de pores, leur croissance ou leur coalescence.

Le dispositif que nous avons développé permet une reproductibilité satisfaisante des essais de traction *in situ* à l'état semi solide en conditions isothermes ou anisothermes. En outre, la caméra PCO DIMAX offre la possibilité d'acquérir des scans en très peu de temps : environ 0.1 s.

Il est donc légitime d'envisager à court terme la réalisation d'expériences en refusion similaires à celles que nous avons présentées avec plusieurs compositions d'alliages Al-Cu et pour différentes fractions de solide initiales permettrait peut être de mettre évidence des différences de comportement en fissuration selon la concentration en soluté. La réduction du temps minimal d'acquisition de scan permet :

- soit garder un temps de scan de l'ordre de la seconde afin d'améliorer la résolution spatiale pour atteindre 0.5 ou 1 μm ,
- soit augmenter la vitesse de refroidissement pour se rapprocher des conditions industrielles (de l'ordre de 10 $^{\circ}\text{C.s}^{-1}$), ainsi que la vitesse de déformation pour atteindre 10⁻² s^{-1} .

A plus long terme, des essais conditions de solidification après passage à l'état liquide sont envisagés. Cela imposerait l'adaptation d'un contenant pour la phase liquide. De plus, le chauffage par induction aura tendance à créer de la convection à l'intérieur du liquide. Il sera donc nécessaire de concevoir un autre système de chauffage de l'échantillon.

Comparaison de l'expérience aux modèles

Nous avons pu constater que les modèles analytiques, même s'il sont améliorés, rendent difficilement compte de la localisation de la déformation. De plus, le fait que cette localisation soit précédée d'un régime transitoire de déformation homogène rend l'expérience délicate à modéliser.

Les modèles numériques, ont donné des résultats prometteurs en apportant des informations locales en 3D à partir d'une microstructure réelle. De nouveaux essais pourraient être menés en collaboration avec les développeurs de modèles numériques afin de favo-

riser les comparaisons entre ces modèles et l'expérience. Cela nécessitera probablement de meilleures résolutions, et une adaptation du matériau pour s'adapter au mieux aux modèles. Par exemple, l'ajout de barium à nos alliages permettrait que tous les joints de grains soient mouillés, ce qui rendrait le matériau adéquat pour le comparer au modèle de Sistaninia.

BIBLIOGRAPHIE

- Abouaf, M. & J.L., C. (1986). *J. Mech.Tech.Appl.* 5, 121–140. 46
- Bernard, D., Nielsen, O., Salvo, L. & Cloetens, P. (2005). *Materials Science and Engineering A* 392, 112–120. 41, 66
- Bogno, a., Nguyen-Thi, H., Bergeon, N., Mangelinck-Noël, N., Schenk, T., Billia, B., Boller, E. & Baruchel, J. (2010). *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms* 268, 394–398. 65
- Bogno, a., Nguyen-Thi, H., Buffet, A., Reinhart, G., Billia, B., Mangelinck-Noël, N., Bergeon, N., Baruchel, J. & Schenk, T. (2011a). *Acta Materialia* 59, 4356–4365. 65
- Bogno, a., Reinhart, G., Buffet, A., Nguyen Thi, H., Billia, B., Schenk, T., Mangelinck-Noël, N., Bergeon, N. & Baruchel, J. (2011b). *Journal of Crystal Growth* 318, 1134–1138. 65
- Boller, E., Cloetens, P., Tafforeau, P., Pourchez, J. & Baruchel, J. (2006). In *Matériaux*. 93
- Braccini, M. (2000). *Optimisation des pièces moulées : étude des phénomènes de fissuration à chaud dans les alliages Al-Cu = Optimisation of casting paths : study of hot tearing phenomena in Al-Cu alloys*. PhD thesis,. 26, 27, 56
- Braccini, M., Martin, C. L., Suéry, M. & Bréchet, Y. (2000). In *Modelling of Casting, Welding and Advanced Solidification Processes IX*, (Sahm, P., Hansen, P. & Conley, J., eds), pp. 18–24. Aachen, Germany shaker ver edition. 26
- Chaudury, P. & Mohamed, F. A. (1988). *Materials Science and Engineering A* 101, 13–23. 57, 78
- Chen, Y., Bogno, A.-A., Xiao, N. M., Billia, B., Kang, X. H., Nguyen-Thi, H., Luo, X. H. & Li, D. Z. (2012). *Acta Materialia* 60, 199–207. 65
- Chu, M. & Granger, D. (1996). *Materials Science Forum* 217-222, 1505–1510. 16, 29
- Clyne, T. & Davies, G. (1979). *Solidification and Casting of Metals* , 275–278. 24
- Cross, C., Olson, D. & Liu, S. (2003). In *Handbook of Aluminium vol. 1*, (Totten, G. & MacKensie, D., eds), chapter 9, pp. 481–532. Marcel Dekker New-York. 19, 20
- Dahle, A. K. & Arnberg, L. (1996). *JOM* 48, 34–37. 14, 15

- Dahle, A. K., Instone, S. & Sumitomo, T. (2003). *Metallurgical and Materials Transactions A* 34, 14
- Dantzig, J. & Rappaz, M. (2009a). *Solidification*. 13, 14, 24, 26, 163
- Dantzig, J. & Rappaz, M. (2009b). *Acta Materialia* 57, 1554–1569. 52
- Dong, Q., Zhang, J., Dong, J., Xie, H., Li, Z., Dai, Y., Liu, Y. & Sun, B. (2011). *Materials Science and Engineering : A* 530, 271–276. 65
- Drezet, J. & Eggeler, G. (1979). *Scripta Metallurgica et Materialia* 31, 757–762. 44
- Drezet, J.-M. (1999). *J. Phys. IV* 9, 53–62. 20, 21, 24
- Eskin, D. (2004). *Progress in Materials Science* 49, 629–711. 15, 20, 21, 22, 23, 29, 33
- Eskin, D. G. & Katgerman, L. (2007). *Metallurgical and Materials Transactions A* 38, 1511–1519. 24
- Fabrègue, D. (2004). *Microstructure et fissuration à chaud lors du soudage laser d'alliages d'aluminium 6000*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble. 17, 29
- Fabrègue, D., Deschamps, A., Suéry, M. & Poole, W. J. (2006). *Metallurgical and Materials Transactions A* 37, 1459–1467. 17, 29
- Fallet, A., Chichignoud, G., Martin, C., Suéry, M. & Jarry, P. (2006). *Materials Science and Engineering A* 426, 187–193. 104
- Farup, I., Drezet, J. & Rappaz, M. (2001). *Acta Materialia* 49, 1261–1269. 64
- Felberbaum, M. (2010). *Porosity in Aluminum Alloys : Visualization , Characterization , and Modeling*. PhD thesis, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne. 65
- Felberbaum, M. & Rappaz, M. (2011). *Acta Materialia* 59, 6849–6860. 65
- Feurer, U. (1976). *Gießereiforschung* 28, 75–80. 24
- Frost, H. & Ashby, M. (1982). *Deformation-Mechanism Maps, The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*. Pergamon p edition. 53, 54
- Fuloria, D. & Lee, P. (2009). *Acta Materialia* 57, 5554–5562. 81
- Fuloria, D., Lee, P. & Bernard, D. (2008). *Materials Science and Engineering : A* 494, 3–9. 42, 66

- Giraud, E. (2010). Etude expérimentale et modélisation du comportement mécanique d'un alliage d'aluminium 6061 à l'état pâteux : application à la fissuration à chaud lors du soudage TIG et FE. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble. 17, 18, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 38, 40, 48, 49, 58, 59, 74, 149, 150
- Huang, C. & Kou, S. (2004). *Welding Journal* , 50–58. 20
- Kassner, M., Kumar, P. & Blum, W. (2007). *International Journal of Plasticity* 23, 980–1000. 53
- Kassner, M. E. & Pérez-Prado, M. T. (2000). *Progress in Materials Science* 45, 1–102. 53, 54, 77, 78, 80
- Kumar, P. & Kassner, M. (2009). *Scripta Materialia* 60, 60–63. 78
- Lahaie, D. J. & Bouchard, M. (2001). *Metallurgical and Materials Transactions B* 32, 697–705. 47, 148, 149
- Limodin, N., Salvo, L., Boller, E., Suéry, M., Felberbaum, M., Gailliègue, S. & Madi, K. (2009). *Acta Materialia* 57, 2300–2310. 66
- Limodin, N., Salvo, L., Suéry, M. & DiMichiel, M. (2007). *Acta Materialia* 55, 3177–3191. 66
- Ludwig, O. (2004). Etude expérimentale et modélisation du comportement rhéologique d'alliages Al-Cu en cours de solidification dans le cadres de la fissuration à chaud en coulée continue. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble. 22, 31, 33, 34, 47
- Ludwig, O., Drezet, J. M., Martin, C. & Suéry, M. (2005). *Metallurgical and Materials Transactions A* 36, 1525–1535. 33, 47
- Ludwig, O., Martin, C. L. & Suéry, M. (2002). *Materials Science Forum* 396-402, 265–270. 33
- Magnin, B., Maenner, L., Katgerman, L. & Engler, S. (1996). *Materials Science Forum* 217-222, 1209–1214. 30, 40
- Marmottant, A. (2006). Structures et propriétés de mousses d'aluminium élaborées par réplique de préformés de sel. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble. 197
- Martin, C., Favier, D. & Suéry, M. (1997a). *International Journal of Plasticity* 13, 215–235. 47

- Martin, C., Favier, D. & Suéry, M. (1997b). *International Journal of Plasticity* 13, 237–259. 47
- McLellan, R. (1987). *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 48, 603–606. 54, 55, 78
- Mossman, M. & Lippold, J. (2002). *The International Journal on the Biology of Stress* , 188–194. 20
- Mostafa, M., El-Sayed, M., El-Sayed, H. & Abd-Elaleem, H. (2009). *Materials Science and Engineering : A* 518, 97–99. 56
- Mousavi, M. G., Cross, C. E., Grong, O. & Hval, M. (1997). *Science and Technology of Welding and Joining* 2, 4. 19
- Nadal, M., Lepoac, P. & Fraizier, E. (2005). *Comptes Rendus Physique* 6, 567–574. 54
- Nadal, M.-H., Hubert, C. & Ravel-Chapuis, G. (2007). *Journal of Alloys and Compounds* 444–445, 265–267. 54
- Nguyen, T. G. & Suéry, M. (1999). *Modélisation du comportement rhéologique des alliages à l'état semi-solide = Modelling of the rheological behaviour of alloys in semisolid state. PhD thesis.* 45
- Nguyenthi, H., Reinhart, G., Buffet, A., Schenk, T., Mangelincknoel, N., Jung, H., Bergeon, N., Billia, B., Hartwig, J. & Baruchel, J. (2008). *Journal of Crystal Growth* 310, 2906–2914. 65
- Nielsen, O. & Arnberg, L. (2000). *Metallurgical and Materials Transactions A* 31A, 3149–3153. 36
- Nielsen, O., Arnberg, L., MO, A. & Thevik, H. (1999). *Metallurgical and Materials Transactions A* 30A, 2455–2462. 35, 36
- Philibert, J., Vignes, A., Bréchet, Y. & Combrade, P. (1998). *Metallurgie du minerai au matériau*. 54
- Phillion, A. (2004). *Hot tearing and constitutive behaviour of semi-solid aluminium alloys. PhD thesis, The University of British Columbia.* 29, 62, 63
- Poirier, D. (1987). *Metallurgical Transactions B* 18, 245. 43
- Rappaz, M., Drezet, J. & Gremaud, M. (1999). *Metallurgical and Materials Transactions A* 30, 449–455. 25, 26

- Rappaz, M., Jacot, A. & Boettinger, W. (2003). *Metal. Mater. Trans. A* 34A, 467–479. 51
- Requena, G. C., Degischer, P., Marks, E. D. & Boller, E. (2008). *Materials Science and Engineering : A* 487, 99–107. 63
- Salvo, L., suéry, M., Marmottant, A., Limodin, N. & Bernard, D. (2010). *Comptes Rendus de Physique* 11, 641–649. 42, 43
- Senda, T., Matsuda, F., Takano, G., Watanabe, K., Kobayashi, T. & Matsuzaka, T. (1971). *Transactions of the Japan Welding Society* 2, 45–66. 19
- Sistaninia, M. (2012). Prediction of hot tearing formation in metallic alloys using a granular approach. PhD thesis, EPF Lausanne. 163
- Sistaninia, M., Phillion, A. B., Drezet, J.-M. & Rappaz, M. (2011). *Metallurgical and Materials Transactions A* 42, 239–248. 52, 162
- Sistaninia, M., Phillion, A. B., Drezet, J.-M. & Rappaz, M. (2012a). *Acta Materialia* 60, 3902–3911. 52, 162
- Sistaninia, M., Phillion, A. B., Drezet, J.-M. & Rappaz, M. (2012b). *Acta Materialia* 60, 6793–6803. 52, 140
- Soliman, M. (1995). *Materials Science and Engineering A* 201, 111–117. 57
- Spittle, J. & Cushway, A. (1983). *Metals Technology* 10, 6–13. 27
- Suéry, M., Martin, C., Braccini, M. & Bréchet, Y. (2001). *Advanced Engineering Materials* , 589–593. 28
- Sun, Z., Logé, R. & Bernacki, M. (2010). *Computational Materials Science* 49, 158–170. 43
- Suyitno, Kool, W. & Katgerman, L. (2002). *Materials Science Forum* 396-402, 179–184. 27
- Terzi, S., Salvo, L., Suery, M., Dahle, A. & Boller, E. (2010a). *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 20, s734–s738. 66, 116
- Terzi, S., Salvo, L., Suery, M., Dahle, A. & Boller, E. (2010b). *Acta Materialia* 58, 20–30. 66
- Terzi, S., Salvo, L., Suéry, M., Limodin, N., Adrien, J., Maire, E., Pannier, Y., Bornert, M., Bernard, D. & Felberbaum, M. (2009a). *Scripta Materialia* 61, 449–452. 15, 66, 67

- Terzi, S., Salvo, L., Suéry, M., Limodin, N., Adrien, J., Maire, E., Pannier, Y., Bornert, M., Bernard, D., Felberbaum, M., M., R. & Boller, E. (2009b). *Scripta Materialia* 61, 449–452. 69, 95, 101, 103, 107, 161, 163, 182
- Terzi, S., Taylor, J., Cho, Y., Salvo, L., Suéry, M., Boller, E. & a.K. Dahle (2010). *Acta Materialia* 58, 5370–5380. 121
- van Haaften, W., Kool, W. & Katgerman, L. (2000). *Materials Science Forum* 331-337, 265–270. 29
- Van Haaften, W. M., Kool, W. H. & Katgerman, L. (2002). *Materials Science and Engineering A* 336, 1–6. 45
- Vernède, S., Jarry, P. & Rappaz, M. (2006). *Acta Materialia* 54, 4023–4034. 51, 140, 162
- Wang, Y., Wang, Q., Wu, G., Zhu, Y. & Ding, W. (2002). *Materials Letters* 57, 929–934. 20
- Williams, J. & Singer, A. (1968). *J. Inst. Metals* 96, 5–12. 17
- Zavaliangos, A. (1998). *Int. J. Mech. Sci.* 40, 1029–1041. 47
- Zavaliangos, A. & Anand, L. (1993). *J. Mech. Phys. Solids* 41, 1087–1118. 47

ANNEXE 1 - MACROS ET PLUGINS

Dans cet annexe, tous les plugins et macro sont utilisés par ImageJ sauf les macros écrites avec une extension *.m* qui sont des macros Matlab.

Recalage des volumes

Macro *scan2stitch*

Macro partant d'un volume en *.raw* dont on doit connaître les dimensions, encodage et taille de l'en-tête. Un filtre médian dont on définit la taille est effectué, puis les images sont enregistrées en *.tif*. Cela permet de stocker toutes les informations relatives au format de l'image dans le fichier.

Un cube de 100px de coté est ensuite découpé et enregistré pour servir de volume référence au plugin *3DStitching*.

Plugin *3DStitching*

Ce plugin fonctionne en une boucle qui va effectuer une corrélation d'image par itération sur tous les volumes. Ainsi à la fin, le plugin enregistre un fichier contenant les valeurs de décalage dans les trois dimensions. Ces valeurs sont ensuite utilisées par le plugin *recale3D* pour appliquer les modifications aux volumes complets (voir figure 5.1).

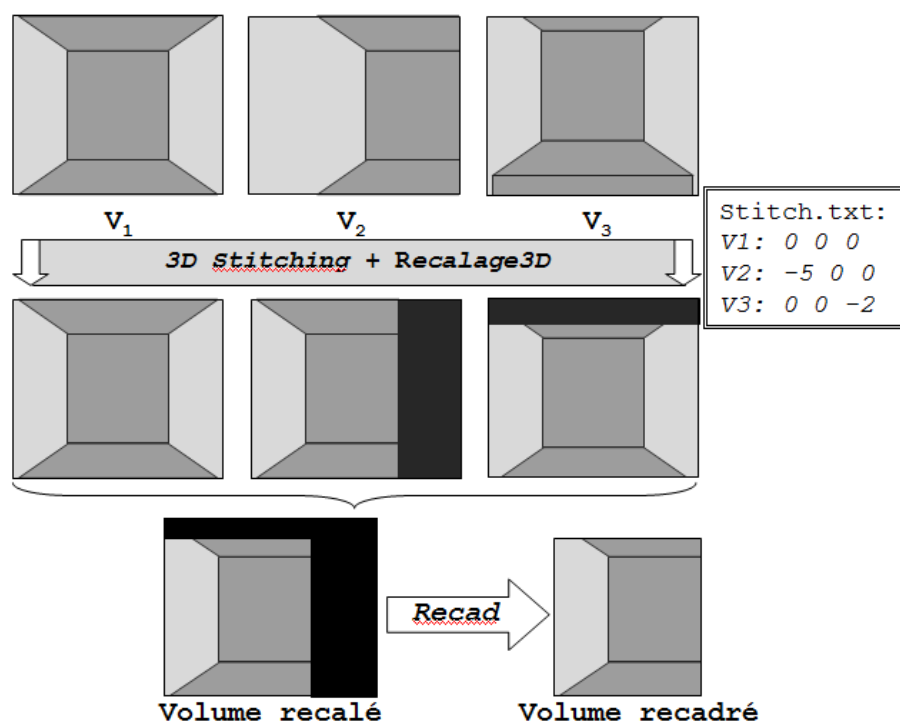


Figure 5.1 – Schéma de principe de recalage3D et recadrage des volumes

Les volumes recalés doivent maintenant être recadrés, c'est à dire rogner le volume dans ses trois dimensions pour qu'il n'y ait plus de zone noire due au recalage. Pour cette opération il faut d'abord réaliser un film des coupes transversales à mi hauteur pour cadrer en ayant le moins de perte possible. On utilise la macro *Film2D* pour le film des coupes transversales, puis la macro *recad*.

Macro *recad*

Cette macro nécessite de savoir les dimensions de l'image finale recadrée. Une fois exécutée, elle recadre tous les volumes choisis aux dimensions données et enregistre un film de la coupe transversale choisie. Cela permet de vérifier le bon fonctionnement de la procédure de recalage.

Il faut maintenant seuiliser les différentes phases présentes dans les volumes.

Binariser un volume brut

Macro *seuillage pore et liquide*

La première étape est de savoir quelles sont les limites de seuil. Pour cela on utilise les films créés par la macro de recalage, et on seuille une image pour connaître les bornes

de seuillage du liquide et des pores. Ces valeurs sont ensuite entrées dans la macro qui exécutera la commande pour tous les volumes.

Il arrive que le seuillage doive différer selon les volumes. Cela peut être dû à la formation de nombreux pores, ce qui change beaucoup l'absorption globale de l'échantillon. Pour contrer cet effet parasite, une macro de normalisation a été mise en place : *normalisation scan*. Cette macro effectue une normalisation des niveaux de gris pour chaque volume, permettant ainsi de garder les mêmes valeurs de seuillage pour tous les scans.

Atténuation du bruit

Pour atténuer le bruit perdurant dans les volumes seuillés il existe plusieurs manières.

Erosion-dilatation

La combinaison d'opération d'érosion et dilatation supprime les pixels isolés de bruit. En effet l'érosion va enlever un nombre défini de pixel sur tous les contours de la couleur choisie. La dilatation va ensuite agrandir les contours restant d'un nombre de pixel choisis.

Cette méthode a un inconvénient majeur : elle affecte même les régions non bruitées et la perte d'information est non négligeable. En effet la dilatation se fait par des éléments géométriques qui ne représenteront pas les contours initiaux, il convient donc d'utiliser une autre méthode, comme par exemple la labellisation.

Labelling3D

Le *labelling3D* est un plugin avec lequel on numérote les entités seuillées indépendantes. On choisit une taille minimale d'entité à prendre en compte. Ainsi les pixels isolés ou formant des amas de bruit peuvent être corrigés par ce biais, sans perte d'information majeure. Le plugin crée alors un volume en 16-bits dans lequel une couleur correspond à une entité. Il suffit ensuite de formater le volume en 8-bits et seuiller à nouveau pour obtenir un volume binarisé.

Analyse des volumes binarisés

Plugin Param3Dtop

Ce plugin utilise un volume labellisé comme donnée d'entrée et retourne plusieurs informations, notamment le nombre de pores, leur volume et leur fraction volumique. Le fichier de sortie se présente sous la forme d'un tableau décrit figure 5.2.

n°pore	x_g	y_g	z_g	volume en pixels	volume en marching cubes	surface en marching cubes
--------	-------	-------	-------	------------------	--------------------------	---------------------------

Figure 5.2 – Données de sortie du plugin *Param3Dtop*. x_g , y_g et z_g sont les coordonnées du centre de gravité du pore concerné

Une macro Matlab est ensuite utilisée : *traiteparam.m*

macro Matlab *traiteparam.m*

Cette macro fonctionne avec une boucle ouvrant tour à tour les fichiers de sortie de *Param3Dtop* pour chaque volume, et stocke les informations dans un tableau. Ces informations sont ensuite retranscrites dans un tableau répertoriant les données intéressantes pour notre étude (voir figure 5.3).

n°scan	nombre maximum de pores	volume du plus gros pore (V_{max})	somme des volumes des pores (V_{max})	$\frac{V_{max}}{V_{tot}}$
--------	-------------------------	--	---	---------------------------

Figure 5.3 – Données de sortie de la macro *traiteparam.m*

Pour calculer la fraction volumique de pores, il suffit de diviser V_{tot} par le volume échantillonné.

Plugin *Granu3D*

Ce plugin consiste à effectuer une succession d'érosions puis dilatation avec des éléments octaédriques de plus en plus grands, jusqu'à ne plus avoir de pixel noirs lors d'une érosion. Le nombre de pixels effacés lors d'une séquence érosion-dilatation est divisé par le nombre initial de pixels noirs pour obtenir une fréquence volumique de chaque taille d'éléments (voir figure 5.4). Cela nous donne donc la fréquence volumique des tailles de canaux. Cette fréquence est rapportée au volume total de la phase seuillée.

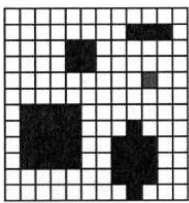
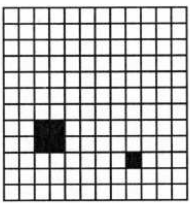
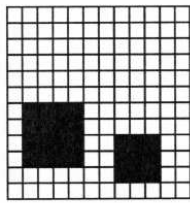
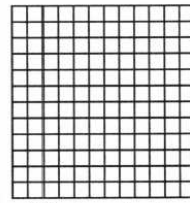


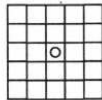
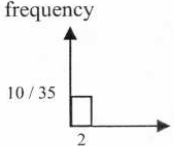
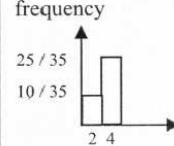
	(a)	(b)	(c)	(d)
Image	 Binary image	 Afer erosion, size	 After dilation, size 1	 After (erosion + dilation), size 2
Structuring element				
Count of voxels	35 black pixels	5 black pixels left	25 black pixels left 10 pixels deleted	no black pixels left 25 pixels deleted
histogram				

Figure 5.4 – Illustration du fonctionnement de la granulométrie sur une image 2D [Marmottant, 2006]

Pour avoir plus de points il est possible d'utiliser un outil d'échelle. Cela consiste à scinder un voxel en 8 pour avoir deux fois plus de points lors d'une granulométrie (figure 5.5).

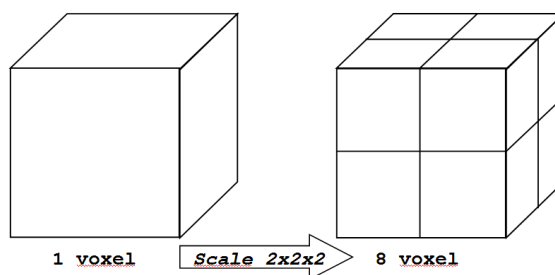


Figure 5.5 – Schéma de principe de l'outil d'échelle

Plugin *Stack_frac*

Ce plugin est utilisé pour obtenir la fraction de phase seuillée rapporté à la surface de la coupe couche par couche. Il génère un fichier contenant le numéro de la couche concerné et la fraction associée. Le fichier sortie peut être repris au moyen de la macro *StackFigs.m* pour obtenir une série de graphes décrivant ainsi l'évolution du profil de la fraction de la

phase considérée au cours de l'essai. On peut aussi obtenir la fraction volumique moyenne de la phase considérée pour chaque scan en utilisant la macro *slicefrac2stackfrac.m*. Le fichier sortie est un tableau à deux colonne donnant le numéro des scans et leur fraction associée.

ANNEXE II : PERMÉABILITÉ

Pour pouvoir être traités sous GeoDict, les volumes doivent être en format **.raw*. Nous avons choisi le solveur *SolveEJStokes* dans le module *FlowDict*. Par ailleurs le fluide simulé a une densité de $d = 1.204$ et une viscosité de $\eta = 1.834 \cdot 10^{-5}$. Une différence de pression de $\Delta P = 0.02 Pa$ a été imposé entre le haut et le bas du volume étudié. Pour que le calcul se fasse en un temps raisonnable, nous avons choisi une précision de $p = 0.01$ et un maximum d'itération fixé à 1000. Dans ces conditions, un calcul sur nos volumes de l'ordre de $300 \times 300 \times 300 \text{ px}^3$ a une durée d'environ 2.5 h en utilisant 6 processeurs.

Les fichiers résultats en **.gdr* permettent d'extraire des valeurs globales de perméabilité et de vitesses. D'autre part les fichiers *.end* générés par le logiciel sont traités au moyen de la macro *GeoDict_ReadFsol.m* afin d'obtenir différents volumes contenant chacun des informations sur une grandeur choisie. Nous avons donc dans notre cas un seul volume contenant une carte 3D des champs de vitesses. Ces volumes sont ensuite utilisés dans le logiciel Avizo pour effectuer des visualisations 3D de nos résultats.

Macro GeoDict

Macro loop_permeability.gmc

```
GeoDict :VaryMacro FileName /home0/bmireux/loop_permeability.gvm NumberOf-  
Variables 1 Variable1 :ValueList 17,18,19,20,21,22,23,24,25 Variable1 :CoupledWith NONE
```

Macro loop_permeability.gvm

```
// Macro file for GeoDict 2010R2 (Revision : of Feb 14 2011) // recorded on jeu. mai  
31 2012
```

```
ImportGeo :Import CutLengthX 310 CutLengthY 345 CutLengthZ 315 CutStartX 1  
CutStartY 1 CutStartZ 1 DimensionX 310 DimensionY 345 DimensionZ 315 FileName  
/home0/bmireux/tsl.00%1.raw HeaderSize 0 IsRawFile 0 Phi 0 Psi 0 Theta 0 Threshold-  
Color 8,0 ThresholdValue 75 VoxelLength 2.8e-06 FlowDict :SolveEJStokes ;Parameters;  
FluidDensity 1.204 FluidViscosity 1.834e-05 MeanVelocity 0.001 PressureDifference 0.02  
PressureEnabled true ;/Parameters; ;SolverData; Accuracy 0.01 AddedFreeSpace 0 Che-  
ckInterval 100 DirectionEnabledX 0 DirectionEnabledY 0 DirectionEnabledZ 1 Discard-  
TemporaryFiles false FileName /home0/bmireux/perm_tsl.00%1.gdr FromShrunk false  
FromShrunkFileName MaxNumberOfIterations 1000 MaximalSolverRunTime 240 Mir-  
rorVolume false ;Parallelization; Mode 1 NumberOfProcesses 6 ;/Parallelization; Restart
```

```
false RestartFileName SlipLength 0 SolverType 0 StoppingCriterion 0 SymmetricXInY
false SymmetricXInZ false SymmetricYInX false SymmetricYInZ false SymmetricZInX
false SymmetricZInY false VelocityInterpolation 0 VinPoutX 0 VinPoutY 0 VinPoutZ 0
i/SolverData;
```

Macro *GeoDict_ReadFSol.m*

```
% readFSol reads a parpac or Stokes solution from file % filename is the .end file
function GeoDict_readFSol(filename,ext)
Dir=sprintf('path to your file/')
file=sprintf('%s%s%s',Dir,filename,ext)

fid = fopen(filename,'r');
nv = fread(fid,3,'short');
nx = nv(1)
ny = nv(2)
nz = nv(3)
[sol,n] = fread(fid,'double'); fclose(fid);
P = reshape(sol(1 :4 :end),nx,ny,nz);
U = reshape(sol(2 :4 :end),nx,ny,nz);
V = reshape(sol(3 :4 :end),nx,ny,nz);
W = reshape(sol(4 :4 :end),nx,ny,nz);

Pfile=sprintf('P_%s.vol',filename)
fid = fopen(Pfile,'wb');
fwrite(fid,P,'float32','l');
fclose(fid);

normV = sqrt(U.*U+V.*V+W.*W);
NormVfile=sprintf('%sNormV_%s.vol',Dir,filename)
fid = fopen(NormVfile,'wb');
fwrite(fid,normV,'float32','l');
fclose(fid);
```




*2-phase stepper motor, 24 V chopper voltage, max. 0.25 A/phase, 24 full steps/rev., motor resolution with C-663 stepper motor controller

Index



M-230 Precision Linear Actuator

Non-Rotating Tip, Limit Switches, Stroke to 25 mm



M-230.10, M-230.25, high-resolution DC-Mike actuators, 10 and 25 mm travel range.

- Travel Range 10 & 25 mm
- Min. Incremental Motion to 0,05 μm
- Non-Rotating Tip
- Max. Velocity 2 mm/s
- Closed-Loop DC Motors and Stepper Motors
- Non-Contact Limit and Reference Switches
- Front Mount or Clamp Mount
- MTBF > 20.000 h

M-230 are ultra-high-resolution linear actuators providing linear motion up to 25 mm with sub-micron resolution in a compact package. They consist of a micrometer with non-rotating tip driven by a 2-phase stepper motor or a closed-loop DC motor / gearhead combination with motor-shaft-mounted, high-resolution encoder.

Non-Rotating Tip

Compared to conventional rotating-tip micrometer drives, the non-rotating-tip design offers several advantages:

Application Examples

- Fiber positioning
- Metrology
- Photonics packaging
- Quality assurance testing
- Testing equipment

- Elimination of torque-induced positioning errors
- Elimination of sinusoidal motion errors
- Elimination of wear at the contact point
- Elimination of tip-angle-dependent wobble

High Accuracy & Long Life

M-230 actuators provide a cost-effective solution for heavier-duty industrial and OEM environments. They feature extremely low-stiction, low-friction construction, allowing for minimum incremental motion as low as 50 nanometers and speeds up to 2 mm/sec.

Limit and Reference Switches

For the protection of your equipment, non-contact Hall-effect limit and reference switches are installed. The direction-sensing reference

switch supports advanced automation applications with high precision.

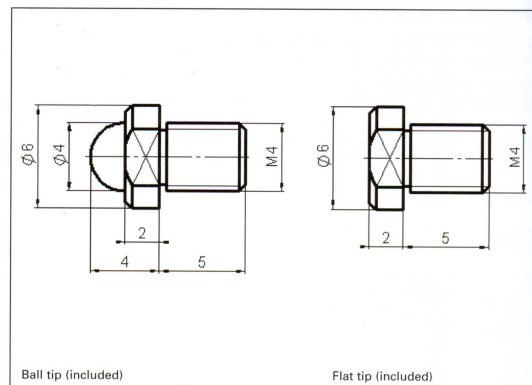
Integrated Line Drivers

All actuators include an integral 0.5 m cable with 15-pin sub-D connector and come with a 3 m extension cable. On the DC servo versions, the connector features integrated line drivers for cable lengths up to 10 meters between actuator and controller.

High-Load Versions

For higher loads and travel ranges refer to the M-235 (see p. 1-50) and M-238 (see p. 1-52).

A screw-in ball tip and a flat tip are included.



Ball tip (included)

Flat tip (included)

Ordering Information

M-230.10
High-Resolution DC-Mike Linear Actuator, 10 mm, Limit Switches

M-230.10S
High-Resolution Stepper-Mike Linear Actuator, 10 mm, Limit Switches

M-230.25
High-Resolution DC-Mike Linear Actuator, 25 mm, Limit Switches

M-230.25S
High-Resolution Stepper-Mike Linear Actuator, 25 mm, Limit Switches

© Physik-Instrumente (PI) GmbH & Co. KG 2008. Subject to change without notice. All data are superseded by any new release. The newest release for data sheets is available for download at www.pi.ws. Cat120E Inspirations2009 09/10/18